

## PENENTUAN LIMIT DETEKSI DAN LIMIT KUANTITASI UNTUK ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM AIR TAWAR MENGGUNAKAN ALAT SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM

Dedi Sumarno dan Dyah Ika Kusumaningtyas

Teknisi Litkayasa Penyelia Pada Balai Riset Pemulihan Sumber Daya Ikan

Teregistrasi I tanggal: 13 Agustus 2018; Diterima setelah perbaikan tanggal: 21 Agustus 2018;

Disetujui terbit tanggal: 19 November 2018

### PENDAHULUAN

Limit deteksi (LOD) merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat/instrument untuk mengukur sejumlah analit tertentu. Menurut Torowati & Galuh (2014), limit deteksi adalah konsentrasi atau jumlah terkecil/terendah dari analit dalam sampel yang masih menunjukkan nilai serapan atau absorbansi pada alat tanpa harus memenuhi kriteria akurasi dan presisi. Limit kuantitasi (LOQ) merupakan jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh alat/instrument. Penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi dapat dilakukan dengan 3 cara, yaitu: *signal to noise*, penentuan blanko dan kurva kalibrasi (Riyanto, 2002). Cara penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi pada alat spektrofotometer serapan atom yang umum dilakukan adalah dengan menggunakan blanko. Prinsip penentuan LOD dan LOQ dengan menggunakan blanko adalah larutan/pelarut yang digunakan untuk analisis diukur nilai absorbansinya dengan menggunakan alat/instrument tertentu sebanyak minimal 7 kali ulangan. Menurut Riyanto (2002), penentuan blanko dapat diterapkan ketika analisis blanko memberikan hasil standar deviasi tidak nol.

Spektrofotometer serapan atom adalah suatu alat yang digunakan untuk mengukur kandungan suatu logam dalam sampel baik padatan maupun cairan. Prinsip kerja alat ini adalah atom-atom bebas dari suatu unsur akan menyerap energy radiasi yang bersumber dari lampu katode dengan panjang gelombang tertentu.

Logam timbal merupakan salah satu logam yang berbahaya bagi manusia yang dapat menyebabkan keracunan baik akut maupun kronis. Menurut Apriadi (2005) dalam Darmono (2001), keracunan akut biasanya ditandai dengan rasa terbakar pada mulut dan diare, sedangkan keracunan kronis ditandai dengan mual, anemia dan dapat menyebabkan kelumpuhan. Logam timbal (Pb) pada perairan

ditemukan dalam bentuk terlarut dan tersuspensi. Di perairan tawar, timbal (Pb) membentuk senyawa kompleks yang memiliki sifat kelarutan rendah dengan beberapa anion, misalnya hidroksida, karbonat, sulfida dan sulfat (Effendi, 2003).

Prinsip pengujian logam timbal (Pb) di air tawar menurut SNI 06-6989.8-2004 adalah penambahan asam nitrat bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan zat – zat pengganggu yang terdapat dalam contoh uji dalam air dan air limbah dengan bantuan pemanas listrik, kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom dengan menggunakan gas asetilen ( $C_2H_2$ ) (anonimous, 2004). Metode SNI 06-6989.8-2004 hanya dapat mengukur logam timbal (Pb) dengan kisaran 1 – 20 mg/l pada panjang gelombang 283.3 nm.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui cara penentuan limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) alat spektrofotometer serapan atom untuk analisis logam timbal (Pb) dalam air tawar dengan menggunakan metode SNI 06-6989.8-2004.

### POKOK BAHASAN

#### Bahan dan Metode

#### Lokasi dan Waktu Penelitian

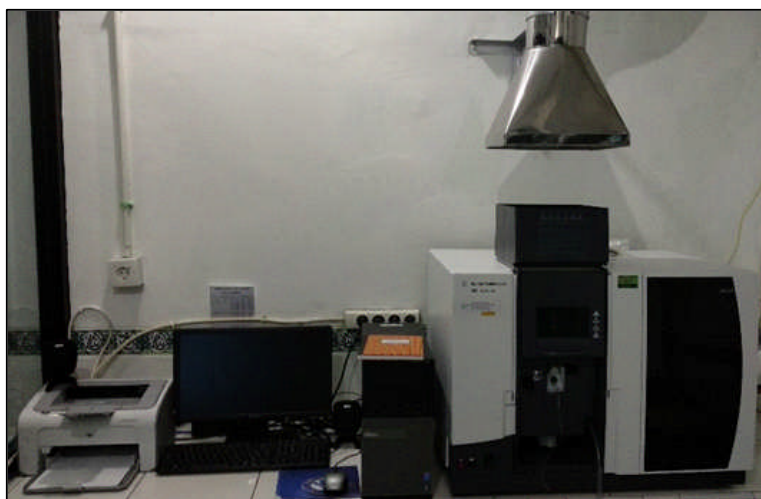
Kegiatan penentuan limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) dilakukan di laboratorium kimia air Balai Riset Pemulihan Sumber Daya Ikan (BRPSDI), Jatiluhur pada bulan Mei dan Juni 2018. Sampel uji yang digunakan adalah blanko berupa aquades pH 2. Metode pengujian mengacu pada SNI 06-6989.8-2004 (Anonimous, 2004).

#### Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan pada penentuan limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) adalah sebagai berikut (Tabel 1 dan Gambar 1):

Tabel 1. Alat dan bahan yang digunakan pada penentuan limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) di laboratorium kimia air BRPSDI

No.	Alat dan Bahan	Fungsi / Kegunaan
1	Spektrofotometer Serapan Atom Merek Agilent Tipe 240 FS AA	Mengukur Absorbansi
2	Lampu Katode Pb	Mengukur absorbansi logam Pb
3	pH meter	Mengukur pH aquades pH 2
4	Erlenmeyer 1000 ml	Wadah preparasi aquades pH 2
5	Pipet tetes kaca	Memindahkan asam nitrat
6	Standard Reference Material (SRM) Timbal (Pb) 1000 mg/l	Kurva standar timbal (Pb)
8	Asam nitrat pekat	Larutan pereaksi
9	Aquades	Larutan pembuatan aquades pH 2
10	Gas asetilen	Gas untuk pembakaran SSA
11	Gas kompresor	Gas untuk pembakaran SSA



Gambar 1. Alat Spektrofotometer serapan atom merek Agilent tipe 240 FS AA.

**Prosedur Pembuatan Aquades pH 2**

1. pH meter dinyalakan dan didiamkan selama 10 menit
2. Aquades sebanyak 1000 ml dimasukkan ke dalam Erlenmeyer 1000 ml
3. Probe pH meter dimasukkan ke dalam erlenmeyer yang berisi aquades dan cek nilai pH awal aquades
4. Asam nitrat diteteskan dengan pipet tetes ke dalam aquades sampai pH meter menunjukkan nilai pH 2 dan dihomogenkan selama 10 menit
5. Probe pH meter dibilang dengan aquades
6. pH meter dimatikan

**Prosedur Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)**

**Larutan Induk Standar Timbal 100 mg/l Pb**

1. SRM timbal (Pb) 1000 mg/l dipipet sebanyak 10 ml ke dalam labu ukur 100 ml
2. Ditera dengan aquades pH 2 dan dihomogenkan

**Larutan Induk Standar Timbal 10 mg/l Pb**

1. Dipipet larutan induk standar timbal 100 mg/l Pb sebanyak 10 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml
2. Ditera dengan aquades pH 2 dan dihomogenkan

**Larutan Kurva Kalibrasi Standar Timbal (Pb)**

1. Dipipet larutan induk standar timbal 100 mg/l Pb dalam labu ukur 100 ml masing-masing sebanyak:

No.	Konsentrasi Standar (mg/l)	Volume Pipet (ml)
1	0.0	0.0
2	1.0	1.0
3	5.0	5.0
4	10.0	10.0
5	15.0	15.0
6	20.0	20.0

2. Masing-masing larutan kurva kalibrasi standar diencerkan dengan aquades pH 2 hingga 100 ml dan dihomogenkan

**Prosedur Pengukuran Absorbansi Kurva Kalibrasi Standar Timbal (Pb) dan Blanko Dengan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom merek Agilent tipe 240 FS AA**

1. Alat spektrofotometer serapan atom merek Agilent tipe 240 FS AA dihubungkan dengan sumber listrik
2. Gas asetilen dan gas kompresor dibuka
3. Alat spektrofotometer serapan atom merek Agilent tipe 240 FS AA dinyalakan
4. Software Aplikasi Agilent 240 FS AA dibuka dan disetting program untuk pengukuran logam timbal (Pb)
5. Lampu katode Pb pada spektrofotometer serapan atom Agilent 240 FS AA dioptimalisasi selama 15 menit
6. Cerobong asap dinyalakan untuk menghisap gas-gas buangan pada proses pembakaran
7. Sistem pembakaran dinyalakan dan uji jaminan mutu alat yaitu spesifitas absorbansi dengan menggunakan salah satu konsentrasi dari larutan kurva kalibrasi standar timbal (Pb) (absorbansi diatur sesuai dengan nilai absorbansi yang dipersyaratkan pada Tabel 2).

Tabel 2. Jaminan mutu uji spesifitas untuk analisis logam timbal (Pb)

Konsentrasi (mg/l)	Absorbansi	Rentang Absorbansi	
		85%	115%
1.0	0.0200	0.0170	0.0230
5.0	0.1000	0.0850	0.1150
10.0	0.5000	0.1700	0.2300
15.0	0.3000	0.2550	0.3450
20.0	0.4000	0.3400	0.4600

8. Larutan kurva kalibrasi standar timbal (Pb) diukur absorbansinya sesuai dengan program yang sudah diatur spektrofotometer serapan atom
9. Blanko berupa aquades pH 2 diukur absorbansinya sebanyak 10 kali ulangan
10. Hitung nilai regresi, slope dan intersept dengan menggunakan data absorbansi kurva kalibrasi standar timbal
11. Hitung konsentrasi blanko dengan cara memplotkan nilai absorbansi terhadap kurva standar
12. Hitung nilai LOD dan LOQ dengan menggunakan persamaan rumus (Riyanto, 2002) :

$$LOD = \mu + 3SD$$

$$LOQ = \mu + 10SD$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_i^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

Keterangan:

- $\mu$  : nilai rata-rata hasil pengukuran dari blanko yang sama (mg/l)
- SD: nilai standar deviasi
- n : jumlah data
- $X_i$  : data ke i
- $\bar{X}$  : rata-rata dari data

Perhitungan nilai regresi (Miller dan Miller, 1991):

$$r = \frac{\sum_i \{(x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})\}}{\left[ \left[ \sum_i (x_i - \bar{x})^2 \right] \left[ \sum_i (y_i - \bar{y})^2 \right] \right]^{\frac{1}{2}}}$$

Keterangan:

- $x$  : data sumbu x ke i
- $\bar{x}$  : rata-rata data sumbu x
- $y_i$  : data sumbu y ke i
- $\bar{y}$  : rata-rata data sumbu y

Perhitungan nilai slope dan intersept (Riyanto, 2002):

$$y = bx + a$$

Keterangan :

- y = respon instrument (absorbansi)
- b = slope
- a = intersept
- x = konsentrasi analit

**Hasil**

Hasil pengukuran absorbansi kurva kalibrasi standar timbal (Pb) pada bulan Mei dan Juni 2018 adalah sebagai berikut (Tabel 3).

Tabel 3. Absorbansi kurva kalibrasi standar timbal (Pb)

No.	Konsentrasi Timbal (mg/l)	Absorbansi (A)	
		Mei 2018	Juni 2018
1	0.000	-0.0003	0.0004
2	1.000	0.0203	0.0208
3	5.000	0.1042	0.1005
4	10.000	0.2005	0.1911
5	15.000	0.2898	0.2818
6	20.000	0.3783	0.3618

Berdasarkan Tabel 3. menunjukkan nilai regresi (r) untuk kurva kalibrasi standar timbal (Pb) pada bulan Mei dan Juni 2018 masing-masing sebesar 0.9989 dan 0.9988. Nilai regresi yang diperoleh lebih dari nilai regresi yang syaratkan oleh SNI 06-6989.8-2004 yaitu lebih besar dari 0.95. Menurut Anonimous (2004), syarat untuk pengendalian mutu adalah koefisien korelasi (r) lebih kecil atau sama dengan 0.95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi. Nilai intersept pada bulan Mei dan Juni 2018 masing-masing sebesar 0.0044 dan 0.0050. Nilai intersept memenuhi persyaratan pengendalian mutu, dimana nilainya lebih besar dari batas deteksi (LOD) yang didapatkan yaitu 0.0253 mg/l pada bulan Mei 2018 dan 0.0259 mg/l pada bulan Juni 2018.

Berdasarkan Tabel 4. hasil analisis blanko berupa aquades pH 2 menunjukkan nilai dibawah 0.0 mg/l. Hal ini dapat diartikan bahwa blanko yang digunakan tidak mengganggu/memberikan respon positif pada saat proses analisis logam timbal (Pb) dalam sampel air tawar. Nilai LOD berdasarkan hasil perhitungan

pada bulan Mei dan Juni 2018 menunjukkan nilai masing-masing sebesar 0.0253 mg/l dan 0.0259 mg/l. Hal ini menunjukkan bahwa instrument spektrofotometer serapan atom merek Agilent tipe 240 FS AA yang digunakan mampu memberikan respon untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel air tawar dengan jumlah analit timbal (Pb) terkecil sebesar 0.025 mg/l. Pada saat analisis logam timbal (Pb) dalam sampel air tawar diperoleh nilai dibawah 0.025 mg/l dianggap sebagai bias/gangguan dan dalam pelaporan hasil analisis ditulis dibawah LOD (<LOD), sehingga penentuan nilai LOD harus selalu dilakukan pada saat analisis logam timbal (Pb) dalam sampel air tawar.

Hasil perhitungan nilai LOQ pada bulan Mei dan Juni 2018 menunjukkan nilai masing-masing sebesar 0.0844 mg/l dan 0.0865 mg/l (Tabel 4). Hal ini menunjukkan bahwa instrument spektrofotometer serapan atom merek Agilent tipe 240 FS AA mampu memberikan respon untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel air tawar dengan nilai akurasi dan presisi yang dapat diterima sebesar 0.0854 mg/l.

Tabel 4. Hasil analisis blanko menggunakan spektrofotometer serapan atom merek Agilent tipe 240 FS AA

Ulangan	Mei 2018		Juni 2018	
	Absorbansi (A)	Konsentrasi (mg/l)	Absorbansi (A)	Konsentrasi (mg/l)
1	-0.0005	-0.2579	-0.0012	-0.3407
2	-0.0005	-0.2579	-0.0012	-0.3407
3	-0.0006	-0.2632	-0.0010	-0.3297
4	-0.0006	-0.2632	-0.0011	-0.3352
5	-0.0011	-0.2895	-0.0013	-0.3462
6	-0.0007	-0.2684	-0.0012	-0.3407
7	-0.0008	-0.2737	-0.0010	-0.3297
8	-0.0007	-0.2684	-0.0014	-0.3516
9	-0.0007	-0.2684	-0.0013	-0.3462
10	-0.0008	-0.2737	-0.0010	-0.3297
Rerata		-0.27218		-0.33987
SD		0.00844		0.00865
3 SD	LOD	0.0253		0.0259
10 SD	LOQ	0.0844		0.0865

Hal-hal yang harus perlu dilakukan agar hasil pengukuran absorbansi kurva standar dan blanko yang stabil adalah melakukan proses optimalisasi lampu yang maksimal, pengujian sensitifitas absorbansi instrument, pengecekan life time lampu katode yang digunakan, pembersihan burner/alat pembakaran yang rutin, pengaturan komposisi laju alir gas asetilen dan gas kompresor yang sesuai serta kalibrasi secara rutin sesuai dengan frekuensi penggunaan instrument spektrofotometer serapan atom merek Agilent tipe 240 FS AA.

**KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil penentuan nilai LOD dan LOQ pada bulan Mei 2018 masing-masing sebesar 0.0253

mg/l dan 0.0844 mg/l. Pada bulan Juni 2018 Nilai LOD dan LOQ masing-masing sebesar 0.0259 dan 0.0865 mg/l. Nilai regresi kurva kalibrasi standar timbal (Pb) pada bulan Mei dan Juni 2018 masing-masing sebesar 0.9989 dan 0.9988.

**PERSANTUNAN**

Tulisan ini merupakan bagian dari kegiatan untuk memenuhi persyaratan pengajuan penambahan ruang lingkup akreditasi Laboratorium Pengujian Balai Riset Pemulihan Sumber Daya Ikan sesuai SNI ISO/IEC 17025 - 2008.

## DAFTAR PUSTAKA

- Apriadi, D. (2005). *Kandungan Logam Berat Hg, Pb, dan Cr Pada Air, Sedimen, dan Kerang Hijau (Perna viridis L) Di Perairan Kamal Muara, Teluk Jakarta*. Departemen Manajemen Sumberdaya Perairan. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan. Bogor : Institut Pertanian Bogor.
- Anonimous. (2004). *Standar Nasional Indonesia (SNI). SNI 06-6989.8-2004. Air dan Limbah Air – Bagian 8 : Cara Uji Timbal (Pb) Dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) – Nyala*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional.
- Effendi, H. (2003). *Telaah Kualitas Air. Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta : Kanisius.
- Miller, J. C., & Miller, J. N. (1991). *Statistika Untuk Kimia Analitik*. Edisi Kedua. Bandung : Institut Teknologi Bandung.
- Riyanto. (2002). *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai Dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta : Deepublish.
- Torowati, & Galuh, B. S. (2014). *Penentuan Nilai Limit Deteksi dan Kuantitasi Alat Titrasi Potensiometer Untuk Analisis Uranium*. Serpong : Pusat Teknologi Bahan Bakar Nuklir. Puspitek.