

Tersedia online di: <http://ejournal-balitbang.kkp.go.id/index.php/btla>

VALIDASI METODE SNI 06-6989.12-2004 PADA PENETAPAN KESADAHAN TOTAL DALAM AIR PERMUKAAN SECARA KOMPLEKSIMETRI

Dina Sri Wardhani dan Inna Nurbayanti

Balai Riset Pemuliaan Ikan

Jl. Raya 2 Pantura Sukamandi, Patokbeusi, Subang 41263, Jawa Barat

E-mail: publikasi.bppi@gmail.com

ABSTRAK

Pada kegiatan ini telah dilakukan validasi metode SNI 06-6989.12-2004 pada penetapan kesadahan dalam air permukaan menggunakan metode titrimetri. Validasi metode analisis adalah proses pengujian karakter kinerja metode analisis melalui serangkaian uji laboratorium. Tujuan kegiatan ini adalah untuk menjamin bahwa metode analisis yang digunakan mampu memberikan hasil yang cermat dan handal sehingga dapat dipercaya. Validasi metode ini meliputi uji presisi, uji akurasi dengan teknik spiking, dan uji ketahanan (*robustness*). Hasil uji akurasi yang diperoleh berada pada rentang nilai 85,62%-88,96% yang menunjukkan bahwa nilai ini memenuhi syarat keberterimaan (% *Recovery* = 85-115). Uji presisi yang dilakukan terhadap tujuh pengulangan pengukuran sampel memperoleh nilai %RSD sebesar 3,04% dan nilai $2/s_3$ CV Horwitz sebesar 5,41. Nilai %RSD uji presisi lebih kecil dari 5% dan lebih kecil dari $2/s_3$ CV Horwitz sehingga memenuhi syarat keberterimaan. Evaluasi uji-t untuk akurasi dan uji-F untuk presisi dari pengujian ketahanan yang dilakukan menyatakan bahwa akurasi dan presisi kedua kondisi diterima. Berdasarkan hasil tersebut, metode SNI 06-6989.12-2004 dapat diterapkan secara rutin di Laboratorium Lingkungan Laboratorium Pengujian Balai Penelitian Pemuliaan Ikan (BPPi) dan dapat diajukan sebagai penambahan ruang lingkup akreditasi.

KATA KUNCI: akurasi; kesadahan; presisi; validasi

PENDAHULUAN

Metode yang digunakan di laboratorium kimia analitik harus dievaluasi dan diuji untuk memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan data yang valid dan sesuai dengan tujuan, maka metode tersebut harus divalidasi. Validasi adalah konfirmasi melalui bukti-bukti pemeriksaan dan telah sesuai dengan tujuan pengujian. Validasi harus dilakukan terhadap metode non-standar dan metode yang dikembangkan laboratorium. Laboratorium harus memvalidasi metode tidak baku, metode yang didesain/dikembangkan laboratorium, metode baku yang digunakan diluar lingkup yang dimaksud, metode baku yang dimodifikasi, metode baku untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode itu sesuai untuk penggunaan yang dimaksudkan (BSN, 2008).

Salah satu metode rutin yang akan diajukan untuk penambahan ruang lingkup akreditasi di Laboratorium Lingkungan Laboratorium Pengujian Balai Penelitian Pemuliaan Ikan adalah analisis kesadahan yang mengacu pada metode yang telah standar sesuai SNI 06-

6989.12-2004 yang dimodifikasi. Oleh karena itu, unjuk kerja yang telah dicapai harus dipertahankan selama mungkin dengan cara-cara tertentu agar metode tersebut dapat digunakan untuk jangka panjang. Pengendalian mutu yang dapat dilaksanakan salah satunya melalui validasi metode SNI 06-6989.12-2004 sehingga dapat diketahui keakuratan hasil dan kompetensi personilnya (Sumardi, 2002). Parameter-parameter yang harus dilakukan untuk memvalidasi metode uji yaitu akurasi (ketepatan), repeatability (presisi), uji ketahanan (*robustness*), dan perhitungan estimasi ketidakpastian (Riyanto, 2014).

Akurasi (ketepatan) adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Uji akurasi dapat dilakukan dengan penggunaan bahan acuan standar atau teknik spiking. Bahan acuan bersertifikat (*Certified Raw Material* disingkat CRM) merupakan bahan acuan yang sifat dan konsentrasinya telah diuji dan diberi sertifikat dengan prosedur teknis yang telah baku dan dapat tertelusur ke dalam Satuan Internasional (SI) atau dokumen yang diterbitkan oleh

badan tersertifikasi (Dara, 2010 dalam Kruiqito, 2013). Teknik spiking dapat dilakukan dengan cara menambahkan atandar analit dengan konsentrasi tertentu. Pengujian akurasi dilakukan untuk mengukur kemampuan suatu metode analisa dalam memperoleh nilai yang sebenarnya dinyatakan sebagai persentase (%) perolehan kembali (*recovery*).

Presisi adalah ukuran kedekatan hasil analisis yang diperoleh dari serangkaian pengukuran ulangan dari ukuran yang sama. Hal ini mencerminkan kesalahan acak yang terjadi dalam sebuah metode. Pengujian ketahanan dilakukan untuk mengetahui kestabilan metode analisis (tidak terpengaruh oleh variasi yang diberikan). Ketahanan suatu metode analisis adalah ukuran dari kemampuannya untuk tetap tidak terpengaruh oleh variasi kecil, tetapi disengaja dalam parameter metode dan memberikan indikasi kehandalan selama penggunaan normal (Riyanto, 2014).

Tujuan kegiatan ini adalah untuk memberikan jaminan bahwa metode SNI 06-6989.12-2004 dalam penetapan kesadahan total air permukaan menghasilkan data analisis yang dapat diandalkan sehingga dapat dipercaya.

BAHAN DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan dalam kegiatan ini adalah sampel air dengan volume 500 mL, indikator eriochrom black T (EBT), larutan penyangga pH ($10 \pm 0,1$), larutan CaCO_3 0,01M, larutan baku $\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0,01M (EDTA), larutan baku kalsium karbonat 1000 mg/L, dan aquades.

Standardisasi Na_2EDTA 0,01M

Pipet 10 mL standar CaCO_3 0,01 M dimasukkan ke erlenmeyer, tambahkan 10 mL penyangga pH ($10 \pm 0,1$), tambahkan sedikit indikator EBT, kemudian titrasi dengan EDTA 0,01M sampai titik akhir titrasi berwarna biru. Lakukan titrasi minimal sebanyak 2 kali.

Rumus sebagai berikut:

$$M_{EDTA} = \frac{M_{\text{CaCO}_3} \times V_{\text{CaCO}_3}}{V_{EDTA}} \text{ mmol/L}$$

di mana:

- M EDTA = molaritas larutan baku Na
- V EDTA = volume rata-rata larutan baku Na
- V CaCO_3 = volume larutan CaCO_3
- M CaCO_3 = molaritas larutan CaCO_3

Penetapan Kesadahan Total

Pipet 25 mL sampel air dimasukkan ke erlenmeyer, tambahkan (1– 2) mL penyangga pH ($10 \pm 0,1$),

tambahkan sedikit indikator EBT, kemudian titrasi dengan EDTA 0,01M sampai titik akhir titrasi berwarna biru.

Rumus sebagai berikut:

$$\text{Kesadahan total (mgCaCO}_3\text{/L)} = \frac{1000}{V_{C.U.}} \times V_{EDTA} \times M_{EDTA} \times 100$$

di mana:

- V C.U. = volume sampel (mL)
- V EDTA = volume larutan baku Na_2EDTA untuk titrasi kesadahan total (mL)
- M EDTA = molaritas larutan baku Na_2EDTA untuk titrasi (mmol/mL)
- 100 = Massa relative (M_r) CaCO_3

Uji Presisi Kesadahan Total

Lakukan prosedur penetapan sampel pada point B sebanyak 7x pengulangan. Hitung presisi sampel dengan rumus sebagai berikut:

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

$$CV_{\text{Horwitz}} = 2^{(1-0,5 \log c)}$$

di mana: C = fraksi konsentrasi analit dalam sampel

Uji Akurasi Kesadahan Total

Pipet 15 mL sampel, kemudian tambahkan 10 mL larutan baku kalsium karbonat 1000 mg/L, masukkan ke dalam labu erlenmeyer, tambahkan (1–2) mL penyangga pH ($10 \pm 0,1$), tambahkan sedikit indikator EBT, kemudian titrasi dengan EDTA 0,01M, sampai titik akhir titrasi berwarna biru. Persen temu balik dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\%R = \frac{A - B}{C} \times 100\%$$

di mana:

- R = recovery
- A = kadar contoh uji yang di spike (mg/L);
- B = kadar contoh uji yang tidak di spike (mg/L);
- C = kadar standar yang diperoleh (*target value*), (mg/L)

$$C = \frac{Y \times Z}{V}$$

di mana:

- Y = volume standar yang ditambahkan (mL);
- Z = kadar Ca yang ditambahkan (mg/L);
- V = volume akhir (mL)

Uji Robustness Kesadahan Total

Uji ketahanan ini dilakukan dengan prosedur yang sama dengan uji presisi, tetapi digunakan volume sampel yang berbeda. Pengujian masing-masing pada

kondisi dilakukan 7 kali ulangan. Kemudian hasil uji kesadahan dalam sampel yang diperoleh, diolah standar keberterimaan presisi dan akurasi secara statistik. Uji-F untuk presisi dan uji-t untuk akurasi.

Rumus:

- Uji presisi (Uji F)

Hipotesis 0 (H0): $\sigma_1 = \sigma_2$

Hipotesis 1 (H1): $\sigma_1 \neq \sigma_2$

Ftabel = (α ; db)

$$F_{hitung} = \frac{\sigma_1^2}{\sigma_2^2}$$

di mana:

σ_1 : simpangan baku dengan nilai yang besar

σ_2 : simpangan baku dengan nilai yang kecil

db : derajat bebas (n_1-1 ; n_2-1)

α : kesalahan yang masih dapat diterima (5%)

- √ Jika F hitung < F tabel : $\sigma_1 = \sigma_2$ (hasil simpangan baku ke-1 dan ke-2 Tidak Berbeda Nyata); maka artinya: presisi kedua kondisi diterima
- √ Jika F hitung > F tabel : $\sigma_1 \neq \sigma_2$ (hasil simpangan baku ke-1 dan ke-2 Berbeda Nyata); maka artinya: presisi kedua kondisi ditolak

- Uji akurasi (Uji-t)

$$t = \frac{(X_1 - X_2)}{\sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

$$s = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{(n_1 + n_2 - 2)}}$$

di mana:

X_1 = nilai rata-rata pengujian kelompok 1

X_2 = nilai rata-rata pengujian kelompok 2

n_1 = jumlah data pengujian kelompok 1

n_2 = jumlah data pengujian kelompok 2

s = standar deviasi gabungan

derajat bebas (db) untuk t – tabel = ($n_1 + n_2 - 2$)

Evaluasi uji – t:

Hipotesis:

H0: nilai rata (akurasi) kelompok 1 tidak berbeda dengan kelompok 2

H1: nilai rata (akurasi) kelompok 1 berbeda dengan kelompok 2

Kriteria uji:

Terima Ho jika t - hitung < t – tabel (kritis)

Tolak Ho jika t - hitung > t – tabel (kritis)

- √ Jika t- hitung < t -tabel: hasil rata-rata ke-1 dan ke-2 Tidak Berbeda Nyata; artinya : Akurasi diterima
- √ Jika t- hitung > t- tabel: hasil rata-rata ke-1 dan ke-2 Berbeda Nyata; artinya : Akurasi ditolak

HASIL DAN BAHASAN

Hasil kegiatan validasi metode SNI 06-6989.12-2004 pada penetapan kesadahan total air permukaan secara kompleksometri menunjukkan bahwa hasil standarisasi Na_2EDTA 0,01 M dengan tujuh kali pengulangan diperoleh nilai molaritas Na_2EDTA sebesar 0,0130 M (Tabel 1).

Standarisasi larutan merupakan proses saat konsentrasi larutan standar sekunder ditentukan dengan tepat dengan cara mentitrasi dengan larutan standar primer Larutan Na_2EDTA adalah larutan sekunder, yaitu larutan standar yang dipersiapkan dengan menimbang dan melarutkan suatu zat tertentu dengan kemurnian relatif rendah sehingga konsentrasi diketahui dari hasil standarisasi (Day Underwood, 1999).

Uji akurasi yang dilakukan dengan teknik spiking antara sampel A dan sampel B ditunjukkan pada Tabel 2.

Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan dan hasil analisis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematis di dalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu untuk mencapai ketepatan yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematis tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pelaksanaannya yang cermat, taat asas sesuai prosedur (Harmita, 2004). Nilai persen perolehan kembali (Tabel 3) menunjukkan bahwa hasil uji akurasi Hasil uji akurasi yang diperoleh berada pada rentang nilai 85,62%-88,96% sehingga memenuhi syarat keberterimaan (% *Recovery*= 85-115).

Uji presisi yang dilakukan terhadap tujuh pengulangan pengukuran sampel yang diambil dari campuran sampel dengan matriks yang homogen menunjukkan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan (Tabel 4). Presisi pengukuran kuantitatif dapat ditentukan dengan menghitung nilai persen RSD. Dari nilai %RSD yang diperoleh dibandingkan dengan CV Horwitz yaitu suatu kurva berbentuk terompet yang menghubungkan presisi dengan konsentrasi analit. Presisi suatu metode akan memenuhi syarat apabila %RSD yang diperoleh dari percobaan lebih kecil dari 5% dan lebih kecil dari $\frac{2}{3}\text{CV}$ Horwitz (Riyanto, 2014).

Tabel 1. Hasil standardisasi Na₂EDTA 0,01 M pada pada validasi metode SNI 06-6989.12-2004 penetapan kesadahan total air permukaan secara kompleksometri

| Ulangan | Bobot CaCO ₃ (g) | BM CaCO ₃ (g/mol) | V EDTA (mL) | Fp | M EDTA (mol/L) |
|---------------|-----------------------------|------------------------------|-------------|-----|----------------|
| 1 | 1,0009 | 100 | 7,70 | 100 | 0,0130 |
| 2 | 1,0009 | 100 | 7,75 | 100 | 0,0129 |
| 3 | 1,0009 | 100 | 7,65 | 100 | 0,0131 |
| 4 | 1,0009 | 100 | 7,65 | 100 | 0,0131 |
| 5 | 1,0009 | 100 | 7,65 | 100 | 0,0131 |
| 6 | 1,0009 | 100 | 7,65 | 100 | 0,0131 |
| 7 | 1,0009 | 100 | 7,65 | 100 | 0,0131 |
| Rerata | | | | | 0,0130 |

Tabel 2. Hasil uji akurasi dengan teknik spiking pada validasi metode SNI 06-6989.12-2004 penetapan kesadahan total air permukaan secara kompleksometri

| Ulangan | Sampel yang di-spike (A) | | | | Sampel yang tidak di-spike (B) | | | |
|---------|--------------------------|--------|--------|--------------------------------|--------------------------------|--------|--------|--------------------------------|
| | V sampel (mL) | V EDTA | M EDTA | Kadar CaCO ₃ (mg/L) | V sampel (mL) | V EDTA | M EDTA | Kadar CaCO ₃ (mg/L) |
| 1 | 25 | 8,55 | 0,0130 | 444,60 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 |
| 2 | 25 | 8,45 | 0,0130 | 439,40 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 |
| 3 | 25 | 8,45 | 0,0130 | 439,40 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 |
| 4 | 25 | 8,45 | 0,0130 | 439,40 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 |
| 5 | 25 | 8,45 | 0,0130 | 439,40 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 |
| 6 | 25 | 8,45 | 0,0130 | 439,40 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 |
| 7 | 25 | 8,35 | 0,0130 | 434,20 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 |

Tabel 3. Nilai persen perolehan kembali uji akurasi dengan teknik spiking pada validasi metode SNI 06-6989.12-2004 penetapan kesadahan total air permukaan secara kompleksometri

| Ulangan | Kadar CaCO ₃ yang ditambahkan (Z) | | | | Kadar sampel yang | | Kadar standard (C) | Persentase recovery |
|---------|--|--------|--------|--------------------------------|-------------------|--------------------|--------------------|---------------------|
| | V sampel (mL) | V EDTA | M EDTA | Kadar CaCO ₃ (mg/L) | Di-spike (A) | Tidak di-spike (B) | | |
| 1 | 10 | 7,70 | 0,0130 | 1001,00 | 444,60 | 88,40 | 400,40 | 88,96 |
| 2 | 10 | 7,75 | 0,0130 | 1007,50 | 439,40 | 93,60 | 403,00 | 85,81 |
| 3 | 10 | 7,65 | 0,0130 | 994,50 | 439,40 | 88,40 | 397,80 | 88,24 |
| 4 | 10 | 7,65 | 0,0130 | 994,50 | 439,40 | 88,40 | 397,80 | 88,24 |
| 5 | 10 | 7,65 | 0,0130 | 994,50 | 439,40 | 93,60 | 397,80 | 86,93 |
| 6 | 10 | 7,65 | 0,0130 | 994,50 | 439,40 | 93,60 | 397,80 | 86,93 |
| 7 | 10 | 7,65 | 0,0130 | 994,50 | 434,20 | 93,60 | 397,80 | 85,62 |

Hasil pengujian ketahanan dilakukan dengan volume sampel yang berbeda untuk melihat ketahanan hasil pada kondisi yang berbeda ditunjukkan pada Tabel 5.

Uji ketahanan dihitung melalui uji-t untuk melihat akurasi hasil dan uji-F untuk melihat presisi hasil (Tabel 6).

Berdasarkan perlakuan dengan volume sampel yang berbeda, uji ketahanan memenuhi syarat keberterimaan. Pada uji-t diperoleh nilai t-hitung < t-tabel dengan selang kepercayaan 5%, sehingga hasil rata-rata ke-1 dan ke-2 tidak berbeda nyata, artinya akurasi diterima. Demikian halnya dengan uji-F, diperoleh nilai F-hitung < F-tabel dengan selang

Tabel 4. Hasil uji presisi pada validasi metode SNI 06-6989.12-2004 penetapan kesadahan total air permukaan secara kompleksometri

| Ulangan | V sampel | V EDTA | M EDTA | Kadar CaCO ₃ (mg/L) |
|------------------|----------|--------|--------|--------------------------------|
| 1 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 |
| 2 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 |
| 3 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 |
| 4 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 |
| 5 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 |
| 6 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 |
| 7 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 |
| Rerata | | | | 91,37 |
| SD | | | | 27,795 |
| % RSD | | | | 3,04 |
| 2/3 % CV Horwith | | | | 5,41 |

Tabel 5. Hasil uji ketahanan pada validasi metode SNI 06-6989.12-2004 penetapan kesadahan total air permukaan secara kompleksometri

| Ulangan | V sampel (mL) | V EDTA (mL) | M EDTA | Kadar CaCO ₃ (mg/L) | V sampel (mL) | V EDTA (mL) | M EDTA | Kadar CaCO ₃ (mg/L) |
|------------------|---------------|-------------|--------|--------------------------------|------------------|-------------|--------|--------------------------------|
| 1 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 | 50 | 3,50 | 0,0130 | 91,00 |
| 2 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 | 50 | 3,50 | 0,0130 | 91,00 |
| 3 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 | 50 | 3,40 | 0,0130 | 88,40 |
| 4 | 25 | 1,70 | 0,0130 | 88,40 | 50 | 3,40 | 0,0130 | 88,40 |
| 5 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 | 50 | 3,50 | 0,0130 | 91,00 |
| 6 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 | 50 | 3,40 | 0,0130 | 88,40 |
| 7 | 25 | 1,80 | 0,0130 | 93,60 | 50 | 3,50 | 0,0130 | 91,00 |
| Rerata | | | | 91,37 | Rerata | | | 89,89 |
| SD | | | | 27,795 | SD | | | 13,898 |
| % RSD | | | | 3,04 | % RSD | | | 1,55 |
| 2/3 % CV Horwith | | | | 5,41 | 2/3 % CV Horwith | | | 5,42 |

Tabel 6. Hasil uji-t dan uji-F pada pengujian ketahanan pada validasi metode SNI 06-6989.12-2004 penetapan kesadahan total air permukaan secara kompleksometri

| Uji-t dan uji-F | | | | | |
|------------------|---|----------|----------------------------|---|----------|
| x_1 | : | 91,37 | $(n_1 + n_2 - 2)$ | : | 12 |
| x_2 | : | 90,26 | s | : | 2,1605 |
| n_1 | : | 7 | $(x_1 - x_2)$ | : | 1,11 |
| n_2 | : | 7 | $\sqrt{(1/n_1) + (1/n_2)}$ | : | 0,534522 |
| s_1 | : | 2,7795 | t hitung | : | 0,9612 |
| s_2 | : | 1,2687 | t tabel (0,05; 12) | : | 1,782 |
| $(n_1 - 1)s_1^2$ | : | 46,35372 | Fhitung | : | 4 |
| $(n_2 - 1)s_2^2$ | : | 9,657598 | Ftabel (0,05; 1) | : | 4,28 |

kepercayaan 5%. Nilai ini menunjukkan bahwa hasil simpangan baku ke-1 dan ke-2 tidak berbeda nyata, artinya presisi kedua kondisi diterima.

KESIMPULAN

Hasil validasi metode SNI 06-6989.12-2004 pada penetapan kesadahan total dalam air permukaan secara kompleksometri, yang terdiri atas uji akurasi, uji presisi dan uji ketahanan memenuhi syarat keberterimaan. Oleh karena itu, metode SNI 06-6989.12-2004 dapat diterapkan secara rutin di Laboratorium Lingkungan Laboratorium Pengujian Balai Penelitian Pemuliaan Ikan dan dapat diajukan sebagai penambahan ruang lingkup akreditasi.

DAFTAR ACUAN

BSN. (2008). SNI ISO/IEC 17025:2008. Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi. Badan Standardisasi Nasional (BSN). Jakarta, 52 hlm.

Day Underwood. (1999). Kimia Analisis Kuantitatif. Erlangga. Jakarta, 682 hlm.

Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. Majalah Ilmu Kefarmasian. Vo 1 No 3. Departemen Farmasi. FMIPA Universitas Indonesia. Depok, hlm. 117-124.

Kruiqito. (2013). Validasi dan Verifikasi Metode. <http://kruiqito.blogspot.com/2013/02/validasi-dan-verifikasi-metode.html>.

Riyanto. (2014). Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. Edisi-1. Cetakan-1. Deepublish. Yogyakarta, 154 hlm.

Sumardi. (2005). Tinjauan Umum Validasi Metode Analisis. Pusat Penelitian Kimia LIPI Bandung. Bandung, hlm. 9-11.