

JURNAL

TEKNOLOGI DAN MANAJEMEN PENGELOLAAN LABORATORIUM



Jurnal
Teknologi Dan Manajemen Pengelolaan Laboratorium
(Temapela)

Yuniar, Siti Nuraini

Penentuan Limit Deteksi Metode Pengujian Logam
Cd Dan Pb Dalam Air Secara SSA-NYALA

Hal
102 - 105

PENENTUAN LIMIT DETEKSI METODE PENGUJIAN LOGAM Cd DAN Pb DALAM AIR SECARA SSA-NYALA

Yuniar^{1*)}, Siti Nuraini²

¹Universitas Sriwijaya, Jalan Raya Palembang-Prabumulih Km32, InderalayaOgan Ilir, 30862

²Universitas Sriwijaya, Jalan Raya Palembang-Prabumulih Km32, InderalayaOgan Ilir, 30862

*) Email: yuniarhasani@gmail.com

Abstrak

Telah dilakukan penentuan limit deteksi metode pengujian logam Cd dan Pb dalam air secara SSA-nyala. Penentuan limit deteksi metode logam Cd dan Pb bertujuan untuk memastikan berapa konsentrasi minimal logam Cd dan Pb dalam air yang mampu di deteksi oleh alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang ada di Laboratorium Pengujian Terpadu FMIPA Universitas Sriwijaya (LPT-FMIPA Unsri) guna memenuhi persyaratan pengujian sesuai permen RI No 82 tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas air dan Pengendalian Pencemaran Air. Metode pengujian dapat diterapkan apabila limit deteksi berada dibawah baku mutu. Hasil penelitian diperoleh limit deteksi metode Cd 0,0076 mg/L dengan akurasi 98,93% dan presisi 0,87%, dan 0,0628 mg/L dengan akurasi 100,91% dan presisi 9,91% untuk Pb. Limit deteksi Cd masih berada dibawah baku mutu 0,01 mg/L, sedangkan limit deteksi Pb berada di atas baku mutu 0,03 mg/L. Sehingga dapat disimpulkan bahwa metode pengujian Cd dapat diterapkan di LPT-FMIPA sedangkan untuk Pb belum dapat diterapkan.

kata kunci: Nyala-SSA, Limit Deteksi, Cd, Pb.

Abstract

Determination of methods detection limit (MDL) for Cd and Pb metal with Flame-SSA have been done. This research aim to ascertain the minimum concentration of Cd and Pb metals in water that can be detected by the Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) in Pengujian Terpadu Laboratory of Mathematics and Natural Science, University of Sriwijaya (LPT-FMIPA Unsri). The results give the method detection limit were 0.0076 mg/L for Cd with an accuracy of 98.93% and a precision of 0.87%, and 0.0628 mg/L with an accuracy of 100.91% and a precision of 9.91% for Pb. The detection limit of Cd is still below the quality standard 0.01 mg/L, while the Pb detection limit is above the quality standard 0.03 mg/L. So it can be concluded that the Cd testing method can be applied in LPT-FMIPA while for Pb cannot be applied yet.

Keywords: Flame-SSA, Detection Limit, Cd,Pb

I. Pendahuluan

Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 tahun 2001 Tentang Pengelolaan Air dan Pengendalian Pencemaran, ada beberapa parameter kualitas air yang diukur dan atau diuji untuk menentukan peringkat kualitas air. Secara umum kualitas air ditentukan dari parameter fisika, kimia dan biologi dengan nilai baku mutu yang telah ditetapkan (Indonesia, 2001).

Parameter kimia yang biasa diuji adalah logam (As, Co, Ba, Bo, Se, Cd, Cr(VI), Cu, Pb, Fe, Mn, Hg, Zn dan Mn), non logam (nitrat, nitrit, fosfat, amoniak, sulfat, klorida, Fluorida, chlorine bebas dan sianida). Selain itu ditentukan juga parameter organik seperti minyak dan lemak, fenol, dan senyawa pestisida (Indonesia, 2001).

Pengujian parameter logam di laboratorium biasanya menggunakan peralatan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Tiap alat SSA mempunyai kemampuan deteksi logam yang berbeda-beda, sehingga

laboratorium perlu menentukan batas kemampuan alat uji untuk mendeteksi kadar analit yang ada di dalam sampel sesuai dengan metode yang digunakan. Penentuan limit deteksi ini dikenal dengan istilah *Method Detection Limit, MDL* (ISO/IEC, 2017).

Penentuan limit deteksi ini juga bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium mampu melakukan pengujian terhadap sampel air yang mempersyaratkan baku mutu sesuai dengan peraturan di atas dan pemenuhan persyaratan ISO 17025:2017 untuk validasi metode (ISO/IEC, 2017). Metode pengujian ini dapat diterapkan apabila nilai *MDL* yang diperoleh lebih kecil dari baku mutu yang dipersyaratkan untuk masing-masing parameter logam. .

Dalam kegiatan kesehariannya Laboratorium Pengujian Terpadu Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sriwijaya, sering melayani pengujian sampel air untuk parameter logam Cd dan Pb. Untuk itu LPT-FMIPA perlu

melakukan penentuan limit deteksi metode pengujian, dimana metode pengujian yang digunakan mengacu pada SNI 6989.16_2009 untuk uji logam Cd dan SNI 6989.8_2019 untuk uji logam Pb (BSN, 2009a) (BSN, 2009b).

II. Bahan dan Metode

Sampel air disaring dengan alat penyaring vakum menggunakan kertas saring *Whatman* ukuran pori 0,45 μm , kemudian ditambahkan beberapa tetes HNO_3 pekat sampai pH larutan menjadi 2. Pengukuran dilakukan menggunakan alat SSA Shimadzu, AA-7000 (BSN, 2009b).

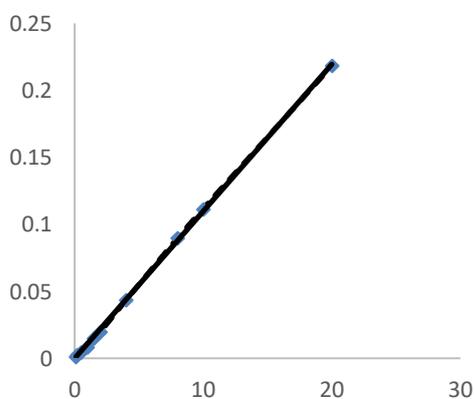
Pengukuran kurva kalibrasi pada kisaran konsentrasi larutan Pb 0,1 -20 mg/L dan konsentrasi larutan Cd 0.01-2 mg/L sebanyak 10 (sepuluh) deret standar. Batas linieritas ditentukan dengan uji Anova. Jika koefisien regresi linier, yang diungkapkan sebagai *Multiple R* $\geq 0,995$, dan nilai *p-value* yang dinyatakan sebagai *significance F* $\leq 0,05$, maka garis yang terbentuk merupakan garis regresi linier (Hadi, 2010).

MDL estimasi ditentukan terlebih dahulu menggunakan rumus $\text{MDL}_{\text{est}} = 0,4 \text{ LoQ}$. Kemudian dilakukan pengukuran sebanyak 7 kali terhadap larutan sampel yang di spike dengan konsentrasi berkisar antara $(1-5) \times \text{MDL}_{\text{est}}$. Konsentrasi rata-rata larutan sampel yang di spike, standar deviasi, %RSD, Signal to Noise (S/N), MDL, LoQ dihitung menggunakan Excel (Hadi, 2010) (Eurechem, 2014).

III. Hasil dan Pembahasan

Uji Linieritas kurva kalibrasi

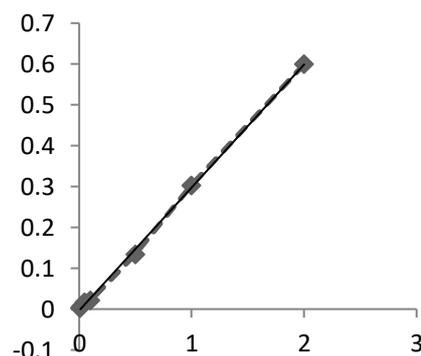
Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh data pengukuran kurva kalibrasi larutan standar Pb dan Cd seperti pada gambar 1 dan 2.



Gambar 1. Kurva kalibrasi logam Pb

Untuk mengetahui linieritas kurva kalibrasi logam Pb dan logam Cd pada 2, dilakukan uji statistik yaitu

uji regresi linier untuk. Hasil uji regresi linier menunjukkan untuk logam Pb diketahui nilai *Multiple R* adalah 0,9998 0,995 dan *significance F* = $1,3\text{E-}14$. Sedangkan untuk Cd nilai *Multiple R* adalah 0,9969 dan *significance F* = $1,06 \text{E-}06 < 0,5$. Nilai R untuk kedua logam masih memenuhi kriteria keberterimaan yaitu $> 0,995$ dan nilai *significance F* $< 0,5$. Sehingga dapat disimpulkan garis yang terbentuk dari kurva kalibrasi Pb dengan konsentrasi 0,1 - 20 mg/L dan Cd dengan konsentrasi 0,01 - 2 mg/L merupakan garis linier.



Gambar 2. Kurva kalibrasi logam Cd

Limit Deteksi logam Pb dan Cd

Limit deteksi ditentukan dengan melakukan pengukuran larutan sampel yang telah di spike pada konsentrasi yang telah ditentukan. Data hasil pengukuran dapat dilihat pada tabel 1 dan 2 dan Evaluasi hasil disajikan pada tabel 3 dan 4.

Tabel 1. Penentuan limit deteksi Pb

No	Kadar (mg/L)		%R
	Pembacaan	Perhitungan	
1	0,2	0,2096	104,8
2	0,2	0,1732	86,6
3	0,2	0,1914	95,7
4	0,2	0,2188	109,4
5	0,2	0,2096	104,8
6	0,2	0,2279	113,95
7	0,2	0,1823	91,15
Rerata(x)		0,2018	100,91
Standar deviasi (sd)		0,0200	
%RSD=(sd/X)		9,91	
S/N = x/sd		10	
MDL= 3,143 sd		0,0628	
LoQ= 10 sd		0,1999	

Nilai *MDL* Cd yang diperoleh sebesar 0,0077 mg/L pada tabel 2 masih berada dalam batas keberterimaan standar acuan *Cookbook SSA Shimadzu* yaitu *MDL* antara 0,002-0,008 mg/L. Sedangkan *MDL* Pb yang diperoleh 0,0628 mg/L pada tabel 1 juga masih berada di antara batas keberterimaan yaitu antara 0,04-0,15 mg/L (Shimadzu, n.d.).

Dari pembahasan hasil diketahui bahwa kinerja peralatan AAS yang digunakan untuk pengujian Cd dan Pb masih cukup baik.

Tabel 2. Penentuan limit deteksi Cd

No	Kadar (mg/L)		%R
	Pembacaan	Perhitungan	
1	0,02	0,0238	119
2	0,02	0,0186	93
3	0,02	0,0189	94,5
4	0,02	0,0189	94,5
5	0,02	0,0182	91
6	0,02	0,0227	113,5
7	0,02	0,0174	87
Rata-rata (x)		0,0198	98,93
Sd		0,0024	
%RSD = sd/x		0,8716	
S/N= X/sd		8,1013	
MDL = 3,143 Sd		0,0077	
LoQ= 10sd		0,0244	

Hasil evaluasi *MDL* pada Tabel 3 menunjukkan bahwa *MDL* Pb berada diatas baku mutu yang dipersyaratkan oleh peraturan menteri No 82 tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran air dan Peraturan Daerah Kota Palembang tentang Baku Mutu Air Sungai dan Baku Mutu Limbah Cair No 2 tahun 2003, pada Lampiran I yaitu 0,03 mg/L. Sedangkan pada tabel 4 *MDL* Cd masih berada dibawah baku mutu yaitu 0,01 mg/L (Indonesia, 2001) (Daerah, 2003).

Tabel 3. Evaluasi Limit Deteksi Metode Pb

No	Persyaratan	Hasil	Kesimpulan
1	%RSD = 10,72	9,91	memenuhi
2	%R = 75% - 120%	100,91	memenuhi
3	S/N = 2,5 - 10	10	memenuhi
4	MDL < Kadar spike	0.06<0.2	memenuhi
5	Kadar spike < 10 MDL	0.2<0.628	memenuhi
6	MDL < BML	0.0628>0.03	tidak memenuhi
7	Jika MDL diterima, maka LoQ = 10 sd diterima	0,1999	memenuhi

Jika mengacu kepada kedua peraturan di atas, maka metode pengujian Pb belum dapat diterapkan di LPT-FMIPA, sedangkan metode pengujian Cd dapat diterapkan. Untuk itu laboratorium perlu mencari metode lain atau mengembangkan metode yang ada agar dapat memenuhi persyaratan kedua peraturan tersebut.

Tabel 4. Evaluasi Limit Deteksi Metode Cd

No	Persyaratan	Hasil	Kesimpulan
1	%RSD = 21.44	0,87	memenuhi
2	%R = 75% - 120%	98,93	memenuhi
3	S/N = 2,5 - 10	8,10	memenuhi
4	MDL < Kadar spike	0.0076<0.02	memenuhi
5	Kadar spike < 10 MDL	0.02<0.076	memenuhi
6	MDL < *BML	0.0076<0.01	memenuhi
7	Jika MDL diterima, maka LoQ = 10 sd diterima	0,0244	memenuhi

Catatan: * Lampiran Permen RI No.82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air

Sedangkan jika mengacu kepada Peraturan Gubernur Sumatera Selatan No 16 tahun 2005 tentang Peruntukan air dan baku mutu air sungai untuk baku mutu air minum (air kelas I) yaitu kadar Pb 0,3 mg/L dan Cd 0,1 mg/L, maka baik metode pengujian Pb dan Cd keduanya dapat diterapkan di LPT-FMIPA (Provinsi, 2005).

Kesimpulan dan Saran

Penentuan Limit deteksi metode pengujian logam Pb dan Cd dalam air telah memenuhi persyaratan metode SNI 6989.8:2009 secara spektrofotometri serapan atom (SSA)-nyala pada kisaran kadar Pb 1,0 mg/L sampai dengan 20 mg/L dan logam Cd dalam air sesuai SNI 6989.16:2009 pada kisaran kadar Cd 0,05 mg/L sampai dengan 2 mg/L dengan nilai MDL yang diperoleh untuk logam Pb sebesar 0,0628 mg/l dan untuk logam Cd sebesar 0,0076 mg/L. Metode SNI 6989.8:2009 untuk logam Pb masih belum bisa diterapkan di laboratorium jika mengacu kepada Peraturan Menteri No 82 tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran air, karena MDL yang diperoleh masih diatas baku mutu. Untuk itu disarankan laboratorium perlu mengembangkan metode SNI tersebut agar dapat memenuhi persyaratan sesuai peraturan Menteri No 82 tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran.

Ucapan Terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada jurusan Kimia FMIPA Unsri yang telah memfasilitasi kegiatan penelitian ini.

Daftar Pustaka

- BSN. (2009a). SNI 6989.16: 2019 Air dan air limbah – Bagian 16 : Cara uji kadmium (Cd) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala.
- BSN. (2009b). SNI 6989.8:2009 Air dan air limbah – Bagian 8 : Cara uji timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala. Jakarta.
- Daerah, P. (2003). Peraturan Daerah Kota Palembang No 2 tahun 2003 Tentang Baku Mutu Air Sungai dan Baku Mutu Limbah Cair. Palembang.
- Eurechem. (2014). *Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics*. (“B. Magnusson and U. Örnemark, Ed.), *Eurachem* (2nd ed.). Retrieved from <http://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/valid.pdf>
- Hadi, A. (2010). *Pedoman Verifikasi Metode Pengujian Parameter Kualitas Lingkungan*. (A. Hadi, Ed.). Jakarta.
- Indonesia, P. (2001). Lampiran Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air. Jakarta: Sekretariat Negara.
- ISO/IEC. (2017). International Standard ISO/IEC 17025 General Requirements for the competence of testing and calibration laboratories. Switzerland.
- Provinsi, P. (2005). Peraturan Gubernur Sumatera Selatan Nomor 16 tahun 2005 Tentang Peruntukan Air dan Baku Mutu Air Sungai Berita Daerah Provinsi Sumatera Selatan tahun 2005 Nomor 5 Serie G.
- Shimadzu. (n.d.). *Atomic Absorption Spectrometer Cookbook No.3*.

ISSN 2621-0878

