

Uji Performa AAS Thermo Ice 3000 Terhadap Logam Cu Menggunakan CRM 500 dan CRM 697 Di UPT Laboratorium Terpadu UNS

Sugito¹, Anang Kuncoro Rachmad Setiawan²

¹Unit Pengelola Teknis Laboratorium Terpadu
Universitas Sebelas Maret, Surakarta,

Jl.Ir.Sutami No.36 A,Kode Pos 57126, Telp (0271)663379,Fax : (0271)663379

²Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Sebelas Maret, Surakarta, Kode Pos 57126 , Telp (0271)669376 Fax : (0271)669376

Corresponding Author : Sgito.eni@gmail.com,

Received: 19th September 2021; Revised: 4th November 2021; Accepted: 23rd December 2021;

Available online: 15th January 2022; Published regularly: January 2022

Abstract

Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) or Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) is an instrument for analyzing metals, including: Pb, Cr, Ni, Cd, Fe, Zn, Cu, and Co where the basis of measurement is the measurement of light absorption by an atom. The unabsorbed light is transmitted and converted into a measurable electric beam. The purpose of this study was to determine the performance of the AAS Thermo ICE 3000 tool on Cu metal testing using CRM 500 and CRM 697. This is very important because it greatly affects the validity of the measurement results in inorganic chemistry practicum activities, research and testing at the Chemical Laboratory of UPT Lab. Integrated UNS. Performance elements to be investigated include accuracy, precision, detection limit and linearity. From the results of the study, the results obtained accuracy <5% from control, repeatability %CV count <2/3 CV Horwitz equation, detection limit with MDL 0.065 ppm and R² for linearity of 0.9999

Kata Kunci : AAS, Uji Kinerja, Logam Cu

Abstrak

Atomic Absorption Spektrophotometer (AAS) atau Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) 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 kinerja alat AAS Thermo ICE 3000 terhadap pengujian logam Cu dengan menggunakan CRM 500 dan CRM 697. Hal ini sangat penting karena berpengaruh besar terhadap validitas hasil pengukuran pada kegiatan praktikum kimia an-organik, riset dan pengujian di Laboratorium Kimia UPT Lab Terpadu UNS. Unsur kinerja yang akan diteliti meliputi akurasi, presisi, limit deteksi dan linieritas. Dari hasil penelitian didapatkan hasil akurasi <5% dari kontrol, repeatability %CV hitung <2/3 CV persamaan Horwitz, limit deteksi dengan MDL 0,065 ppm dan R² untuk linearitas sebesar 0,9999

Keywords: AAS, Performance Test, Cu Metal

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 *Enterpreneurship 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 adalah logam Cu, 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)

Tujuan Penelitian ini adalah untuk mengetahui kinerja alat AAS Thermo ICE 3000 terhadap pengujian logam Cu dengan menggunakan CRM 500 dan CRM 697 dengan parameter performanya. Performa yang dimaksud dalam penelitian ini meliputi : linearitas : linieritas 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.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah HNO₃ dan Larutan Standart Cu : 1000 mg/L (dari E-Merck), Larutan CRM 500 (Pollution Trace Metals), Larutan CRM 697 (Supply Metals) dari Water Supply Metals, Kertas saring Whatman 42, pelarut deionized water merk Waterone (E-merck)

Alat yang digunakan meliputi Labu Ukur, Pipet ukur, Pipet Tetes, Erlenmeyer, Dragball, AAS Thermo Ice 3000

Rancangan Penelitian

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

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).

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)

Akurasi : Melakukan pengukuran contoh uji CRM 500 dan CRM 697 masing –masing 3 ulangan. Hasil serapan digunakan untuk menghitung nilai perolehan kembali (recovery).

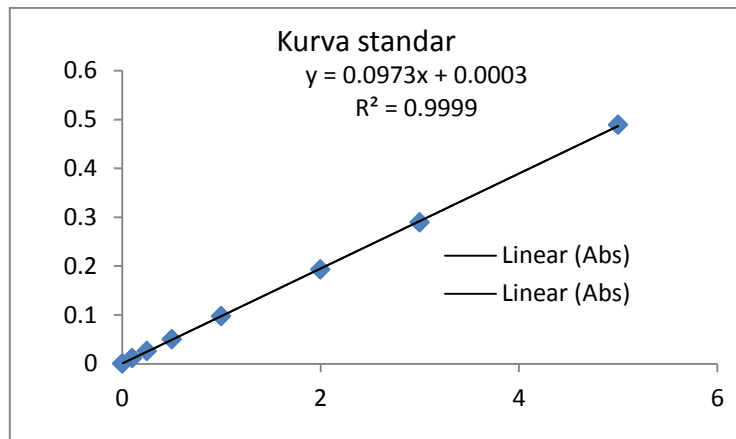
Presisi : Larutan standar 0,5 ppm diukur sebanyak 10 ulangan. Hasil serapan dapat untuk menghitung serapan rata-rata, Relative Standard Deviation (RSD) dan Standard Deviation (SD) serta ketelitian alat

HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Linearitas

Tabel 1. Tabel Linearitas

No	konsentrasi	Absorbansi	Konsentrasi dari grafik
1	0	0,0002	-0,0010
2	0,1	0,0111	0,1110
3	0,25	0,0255	0,2590
4	0,5	0,0501	0,5118
5	1,0	0,097	0,9938
6	2,0	0,1928	1,9784
7	3,0	0,2891	2,9681
8	5,0	0,4891	5,0236
	Intersep	0,0003	
	Slope	0,0973	
	R2	0,9999	



Gambar 2. Kurva Standar

Berdasarkan hasil di atas, untuk persamaan garis linear hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi yang diperoleh adalah $y = 0,0973x + 0,0003$ dengan nilai koefisien determinasi $R^2 = 0,9999$. Nilai $R^2 = 0,9999$ 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 $R^2 \geq 0,9999$ dan sesuai syarat keberterimaan. Jadi, diketahui bahwa persamaan kurva kalibrasi telah memenuhi syarat linearitas.

2. Limit Deteksi

Tabel 2. Limit Deteksi

Data serapan sampel yang di spike							
Samp	Absorbansi			Rata2	Kons	Xi-rata2	(Xi-rata2) ²
	1	2	3				
1	0,0005	0,0004	-0,0001	0,0003	0,0058	0,0017	2,77E-06
2	0,0006	0,0004	0,0004	0,0005	0,0079	0,0037	1,38E-05
3	-0,0001	-0,0004	-0,0001	-0,0002	0,0010	-0,0031	9,81E-06
4	0	0,0003	-0,0003	0,0000	0,0031	-0,0011	1,16E-06
5	0	0,0003	0,0002	0,0002	0,0048	0,0006	4,05E-07
6	-0,0001	0,0001	0,0004	0,0001	0,0045	0,0003	8,62E-08
7	0,0001	-0,0004	0	-0,0001	0,0021	-0,0021	4,43E-06
8	0,0004	0,0004	0	0,0003	0,0058	0,0017	2,77E-06
9	0,0001	0	-0,0003	-0,0001	0,0024	-0,0018	3,1E-06
10	0,0003	0,0002	-0,0001	0,0001	0,0045	0,0003	8,62E-08
	Jumlah				0,0418		3,85E-05
	Rata2				0,0042		
	SD						0,0021
	MDL = 3,14 SD						0,0065

MDL untuk parameter uji Pb dengan matriks pelarut deionized water merk Waterone adalah 0,0065 ppm

3. Akurasi

Tabel 3. Akurasi

Akurasi								
Sampel	Absorbansi			Rata2	Kons	Kontrol	Selisih	% akurasi
	I	II	III		X	Y	Z = (Y-X)	Z/Y. 100
CRM 500	0,0925	0,092	0,0898	0,0914	0,9366	0,9360	0,0006	0,0665
CRM 697	0,0907	0,0909	0,0912	0,0909	0,9315	0,9360	0,0045	0,4825

Catatan: Akurasi adalah % simpangan hasil pengukuran
 Harga akurasi masih < dari ± 5 % berarti masih cukup baik untuk CRM 500
 Harga akurasi masih < dari ± 5 % berarti masih cukup baik untuk CRM 697

4. Presisi

Tabel 4. Presisi/Repeatability

Repeatability (0,25 ppm)							
No	Abs sampel			rata2	Kons	Xi-rata2	Kwadrat
	1	2	3				
1	0,0257	0,0253	0,0253	0,0254	0,2645	-0,0024	0,000005916
2	0,0259	0,0264	0,0257	0,0260	0,2703	0,0034	0,000011503
3	0,0259	0,0255	0,0253	0,0256	0,2658	-0,0011	0,000001128
4	0,0256	0,0252	0,0253	0,0254	0,2638	-0,0031	0,000009719
5	0,0260	0,026	0,0262	0,0261	0,2710	0,0041	0,000016620
6	0,0255	0,0256	0,0253	0,0255	0,2648	-0,0021	0,000004367
7	0,0262	0,0258	0,0254	0,0258	0,2682	0,0013	0,000001785
8	0,0255	0,0258	0,0255	0,0256	0,2662	-0,0007	0,000000518
9	0,0256	0,026	0,0255	0,0257	0,2672	0,0003	0,000000095
10	0,0256	0,0253	0,0262	0,0257	0,2672	0,0003	0,000000095
Jmlh					2,6691		
Rata2					0,2669		
Jmlh kwdr/10							0,000005175
Diakar						0,0023	
Simpangan baku = S						0,0023	
Simpangan baku relatif = RSD = s/rata2						0,0085	
Koefisien variasi - CV(%) = s/rata * 100%						0,8523	
Menurut Persamaan Horwitz %CV = 2(1-0,5log C)							
		%CV =	$2^{1-(0,5 \log C)}$			2,4399	

Harga % RSD atau Koefisien variase CV (%) dari hasil pengukuran ≤ 5% berarti presisinya cukup

bagus. Presisi akan turun apabila % RSD bertambah besar. Jika dihitung dengan Persamaan Horwitz diperoleh $\%CV = 2 \cdot 1 - 0,5 \log C$, hasilnya $= 2,4399 \cdot 2/3$ % Cv Horwitz = 1,6266
Jadi harga %CV perhitungan < dari $2/3$ %CV Persamaan Horwitz, berarti keterulangan analisis cukup stabil

KESIMPULAN

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

Saran :

Dapat dilakukan Uji Performa dengan logam yang lain dan uji performa dengan analisis yang lain

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)*