

VERIFIKASI METODE PENETAPAN KADAR SULFAT (SO²⁻) MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

Nurul Asni, Emmi Djonaedi Saleh, Disna Taufik Arifin, Yuyun Lusini, Dani Agus Setiawan

Akademi Kimia Analis Caraka Nusantara, Depok, Indonesia

PT Artada Nusa Analitika, Bekasi, Indonesia

Politeknik Negeri Jakarta, Depok, Indonesia

Email: Nurul.asni@gmail.com, disnataufikarifin@gmail.com,

yuyun.lusini@yahoo.com, daniagussetiawan14@gmail.com,

Emmidia.djonaedi@grafika.pnj.ac.id

Abstrak

Kimia analitik merupakan suatu cabang ilmu kimia yang di dalamnya terdapat berbagai metode pengujian untuk menentukan kadar ion tertentu menggunakan pereaksi yang selektif dan spesifik. Salah satu jenis ion yang dapat diukur kandungannya adalah ion sulfat (SO₄²⁻). Ion sulfat (SO₄²⁻) adalah suatu ion yang dapat muncul secara alami dalam air sungai maupun air danau. Batas maksimal kandungan sulfat (SO₄²⁻) dalam air adalah sekitar 300 mg/L untuk air yang dikonsumsi manusia. Dalam penelitian ini dilakukan verifikasi metode penetapan kadar sulfat (SO₄²⁻) secara turbidimetri menggunakan Spektrofotometer UV-Vis yang mengacu pada SNI 6989-20 tahun 2019. Verifikasi merupakan uji kinerja suatu metode yang sudah ditetapkan berdasarkan standar baku yang sudah ditetapkan. Verifikasi adalah suatu metode yang dilakukan bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode yang dimaksud dengan hasil yang valid yang dilakukan dengan pengujian parameter linieritas, MDL, LOQ, presisi, dan akurasi dengan hasil pengujian yang dilakukan menunjukkan seluruh parameter memenuhi persyaratan. Uji linieritas didapat hasil koefisien korelasi (r) = 0,9987; MDL dengan hasil sebesar 0,5678 mg/L; LOQ dengan hasil sebesar 1,8064 mg/L; Presisi dengan nilai %RSD dengan nilai 1,5679%; dan akurasi dengan hasil %recovery dengan rata-rata 107,49%.

Kata Kunci: verifikasi, air sungai, air danau, sulfat (so₄²⁻).

Abstract

Analytical chemistry is a branch of chemistry in which there are various test methods to determine the levels of certain ions using selective and specific reagents. One type of ion whose content can be measured is the sulfate ion (SO₄²⁻). Sulfate ion (SO₄²⁻) is an ion that can occur naturally in river water and lake water. The maximum limit of sulfate content (SO₄²⁻) in water is about 300 mg/L for water consumed by humans. In this study, verification of the method of determining the concentration of sulfate (SO₄²⁻) was carried out in a turbidimetric manner using a UV-Vis Spectrophotometer which refers to SNI 6989-20 2019. Verification is a performance

How to cite:	Nurul Asni, Emmi Djonaedi Saleh, Disna Taufik Arifin, Yuyun Lusini, Dani Agus Setiawan (2022) Verifikasi Metode Penetapan Kadar Sulfat (SO ²⁻) Menggunakan Spektrofotometer UV-VIS, (7) 12, http://dx.doi.org/10.36418/syntax-literate.v7i12.11586
E-ISSN:	2548-1398
Published by:	Ridwan Institute

test of a method that has been determined based on established standards. Verification is a method carried out with the aim of proving that the laboratory concerned is capable of conducting tests with the method referred to with valid results, which is carried out by testing the parameters of linearity, MDL, LOQ, precision, and accuracy with the results of the tests carried out showing that all parameters meet the requirements. Linearity test results obtained correlation coefficient (r) = 0.9987; MDL with a yield of 0.5678 mg/L; LOQ with results of 1.8064 mg/L; Precision with a value of %RSD with a value of 1.5679%; and accuracy with %recovery results with an average of 107.49%.

Keywords: *verification; river water; lake water; sulfate (so_4^{2-}).*

Pendahuluan

Air merupakan zat pokok yang sangat dibutuhkan oleh manusia terutama untuk memenuhi kebutuhan hidup sehari-hari seperti mencuci pakaian, memasak, mandi, mengairi pertanian, perkebunan, peternakan, transportasi, dan lain sebagainya. Khususnya air permukaan, air yang paling sering ditemui oleh manusia dan sering dimanfaatkan keberadaannya. Sumber dari air permukaan dapat berupa air sungai, air danau, dan air rawa. Berdasarkan sumber tersebut air dialirkan ke area pemukiman atau wilayah penduduk menggunakan aliran buatan atau aliran yang terbentuk secara alami.

Setiap air yang mengalir memiliki zat pencemar didalamnya. Salah satu zat pencemar yang terdapat pada air permukaan adalah ion sulfat (SO_4^{2-}). Turbidity atau kekeruhan adalah keadaan transparansi suatu zat cair berkurang karena adanya zat-zat yang tidak larut dalam air. Air dengan nilai kekeruhan yang tinggi terindikasi bahwa air tersebut telah terkontaminasi.

Salah satu aspek kimia dalam penentuan kualitas air permukaan adalah kadar ion sulfat (SO_4^{2-}). Menurut Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 22 tahun 2021, kadar maksimum sulfat (SO_4^{2-}) dalam air permukaan adalah 400 mg/L. Bahaya ion sulfat (SO_4^{2-}) yang berlebihan dapat mempengaruhi kesehatan bagi penduduk yang memanfaatkan air permukaan disekitar. Batas keberterimaan yang diatur dalam Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 22 tahun 2021 merupakan batas toleransi yang dapat diterima oleh tubuh manusia.

Menurut Utami (2017) Laboratorium lingkungan melaksanakan fungsi sebagai laboratorium penguji parameter yang terkait dengan baku mutu lingkungan. Kegiatan pengujian dilakukan dengan tujuan untuk pengendalian mutu. Kegiatan yang dilakukan adalah melakukan pengujian pada suatu contoh uji untuk diketahui kandungannya, laboratorium juga wajib melakukan verifikasi metode, sebelum menerapkan metode pengujian tersebut di laboratorium.

Verifikasi merupakan metode yang dilakukan untuk menguji kinerja suatu laboratorium sehingga laboratorium tersebut mampu melakukan pengujian menggunakan metode yang telah valid, dengan berdasarkan kompetensi analis dan kemampuan instrumen yang digunakan.

Metode Penelitian

Pengujian dilakukan tiga tahap, yaitu persiapan contoh uji, pengujian contoh uji, dan pengolahan data. Pada tahap persiapan dilakukan pembuatan larutan baku sulfat (SO₄²⁻), deret larutan kerja, dan persiapan contoh uji. Pada tahap pengujian dilakukan pengukuran linearitas, batas deteksi metode, akurasi, dan presisi menggunakan instrumen Spektrofotometer UV-Vis. Pada pengolahan data yaitu menghitung dan membandingkan hasil dari setiap parameter uji terhadap standar keberterimaan yang telah ditetapkan. Metode yang digunakan dalam melakukan pengujian ini mengacu pada SNI 6989-20 tahun 2019 tentang air dan air limbah: cara uji sulfat (SO₄²⁻) secara turbidimetri menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Standar keberterimaan suatu kandungan sulfat (SO₄²⁻) yang digunakan dalam melakukan pengujian ini mengacu pada Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 22 tahun 2021 tentang penyelenggaraan perlindungan dan pengelolaan lingkungan hidup.

A. Alat dan Bahan

Alat yang diperlukan antara lain:

1. Spektrofotometer UV-Vis
2. Labu ukur 100 mL
3. Labu ukur 1000 mL
4. Pipet volumetrik 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, 25 mL, dan 50 mL
5. Labu erlenmeyer 250 mL
6. Magnetic stirrer
7. Sendok penakar
8. Timbangan analitik

Bahan yang diperlukan antara lain:

1. Akuades
2. Kertas saring
3. Barium klorida kristal (BaCl₂)
4. Larutan baku sulfat (SO₄²⁻) 100 mg SO₄²⁻/L
5. Larutan *buffer* A
6. Larutan *buffer* B

B. Metodologi

1. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Membuat deret larutan kerja dari larutan baku sulfat (SO₄²⁻) 100 mg/L. Deret larutan kerja dibuat dengan konsentrasi 5 mg/L, 10 mg/L, 20 mg/L, 40 mg/L, 70 mg/L dan 0 mg/L sebagai blanko. Deret larutan kerja tersebut dibaca absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang 420 nm dan ditentukan persamaan garis regresi liniernya.

2. Batas Deteksi Metode

Di buat larutan blanko yang ditambahkan spike dengan konsentrasi 4 mg/L kemudian dibaca absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm dan dicatat nilai absorbansinya. Dilakukan pengulangan sebanyak 10 kali pengulangan.

3. Presisi

Di buat larutan dengan konsentrasi 20 mg/L kemudian dibaca absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm dan dicatat nilai absorbansinya. Dilakukan pengulangan sebanyak 10 kali pengulangan.

4. Akurasi

Di buat larutan contoh yang ditambahkan spike dengan konsentrasi 20 mg/L kemudian dibaca absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm dan dicatat nilai absorbansinya. Dilakukan pengulangan sebanyak 10 kali pengulangan.

Hasil dan Pembahasan

Berdasarkan hasil pengujian dan pengolahan data verifikasi metode penetapan kadar sulfat (SO₄²⁻) pada air permukaan secara turbidimetri menggunakan Spektrofotometer UV-Vis terhadap parameter linieritas, batas deteksi metode, akurasi, dan presisi. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan syarat keberterimaan yang ditetapkan oleh SNI 6989-20 tahun 2019.

Tabel 1
Syarat Keberterimaan Verifikasi Metode

No.	Parameter	Syarat Keberterimaan
1	Linieritas	$r \geq 0,995$
2	Akurasi (% <i>Recovery</i>)	%R = 90% - 110%
3	Presisi	RSD \leq 0,5% CV Horwitz
4	MDL	MDL < Baku Mutu Lingkungan

1. Pembuatan Kurva Kalibrasi

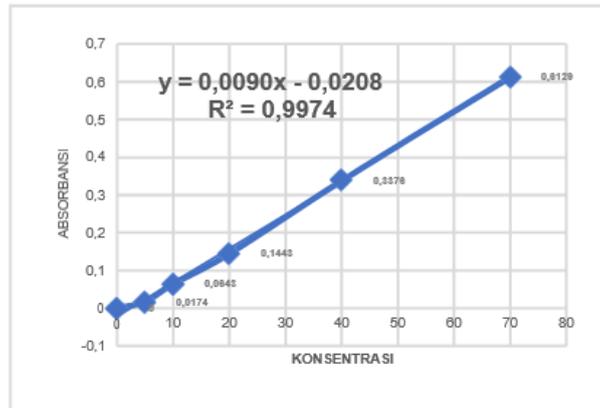
Pembuatan kurva linieritas dilakukan dengan mengukur larutan deret standar sulfat (SO₄²⁻) dengan beberapa variasi konsentrasi dari 0,00 mg/L sampai 70 mg/L menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Data pembacaan larutan deret standar dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2
Hasil Pembacaan Larutan Deret Standar Sulfat (SO₄²⁻)

Larutan Deret Standar	Absorbansi
0	0
5	0,0174
10	0,0643
20	0,1443
40	0,3376
70	0,6129

Kemudian data tersebut diplot dalam kurva kalibrasi, didapatkan persamaan sebagai berikut:

Gambar 1
Kurva Kalibrasi Sulfat(SO₄²⁻)



Hasil uji linieritas yang ditunjukkan dari hubungan konsentrasi denganabsoransi sulfat (SO₄²⁻) menggunakan spektrofotometer UV-Vis diperoleh persamaan linieritas sulfat (SO₄²⁻) $y = 0,0090x - 0,0208$ dengan nilai koefisien korelasi (r) yaitu 0,9987. Nilai hasil pengukuran tersebut menunjukkan hasil uji linieritas yang memenuhi syarat keberterimaan yang ditetapkan oleh SNI 6989-20 tahun 2019 yaitu $r \geq 0,995$.

2. Batas Deteksi Metode

Penentuan batas deteksi metode pengujian merupakan kemampuan sekaligus keterbatasan laboratorium dalam menerapkan suatu metode pengujian tertentu pada kadar terendah metode tersebut. Batas deteksi metode terdiri dari 2 rangkaian yaitu batas deteksi metode dan limit kuantisasi. Hasil pengujian batas deteksi metode dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3
Hasil Uji Batas Deteksi Metode

No	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Konsentrasi sebenarnya (mg/L)	%Recovery
1	0,0113	3,6889	4,0000	92,22
2	0,0118	3,6222	4,0000	90,56
3	0,0158	4,0667	4,0000	101,67
4	0,0119	3,6333	4,0000	90,83
5	0,0119	3,6333	4,0000	90,83
6	0,0157	4,0533	4,0000	101,33
7	0,0117	3,6111	4,0000	90,28
8	0,0117	3,6111	4,0000	90,28
9	0,0119	3,6333	4,0000	90,83

10	0,0112	3,6556	4,0000	91,39
----	--------	--------	--------	-------

Berdasarkan hasil analisis dengan konsentrasi spike 4,0000 mg/L diperoleh standar deviasi 0,1806 dan simpangan baku relatif sebesar 4,8546% dengan nilai 2/3% CV Horwitz 8,80%. Hasil tersebut memenuhi persyaratan kepresisian yaitu %RSD \leq 2/3% CV Horwitz. Berdasarkan hasil tersebut didapatkan rata-rata nilai perolehan kembali antara 93,3%, hasil ini memenuhi syarat keakurasian dengan rentang nilai perolehan kembali antara 90%-110%. Hasil tersebut juga menunjukkan bahwa batas deteksi metode (MDL) pengujian sulfat (SO₄²⁻) adalah 0,5678 mg/L, nilai hasil pengukuran tersebut menunjukkan konsentrasi minimum zat yang dapat diukur dan dilaporkan dengan keyakinan 99% bahwa konsentrasi analit lebih besar dari blanko. Diketahui dari tabel 3 hasil pengukuran limit kuantisasi (LOQ) sulfat (SO₄²⁻) sebesar 1,8064 mg/L, hasil tersebut merupakan konsentrasi terendah dari analit yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat terkuantisasi.

3. Presisi

Presisi adalah tingkat kedapat ulangan suatu rangkaian hasil pengujian diantara hasil-hasil itu yang berfungsi untuk mendapatkan nilai yang sama. Pengujian yang dilakukan adalah pengujian presisi yang dinyatakan dalam repeatability, yaitu pengujian yang dilakukan dengan keberulangan hasil dari suatu pengukuran yang dilakukan oleh Laboratorium yang sama dan personil yang sama dan dengan hari yang sama. Pengujian parameter presisi dilakukan dengan pembuatan larutan dengan konsentrasi 20 mg/L dan dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan. Hasil dari uji presisi sulfat (SO₄²⁻) dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4
Hasil Uji Presisi

No	Absorbansi	Konsentrasi Hasil (mg/L)	Konsentrasi Standar (mg/L)	%Recovery
1	0,1479	18,7444	18,3444	102,18
2	0,1479	18,7444	18,3444	102,18
3	0,1451	18,4333	18,3444	100,48
4	0,1488	18,8444	18,3444	102,73
5	0,1410	17,9778	18,3444	98,00
6	0,1439	18,3000	18,3444	99,76
7	0,1458	18,5111	18,3444	100,91
8	0,1430	18,2000	18,3444	99,21
9	0,1438	18,2889	18,3444	99,69
10	0,1425	18,1444	18,3444	98,91
%RSD < 0,5% CV Horwitz			1,57% < 5,16%	

Dari data presisi pada tabel 4 dapat disimpulkan bahwa hasil uji presisi tersebut dapat diterima karena telah memenuhi syarat keberterimaan yang ditetapkan oleh SNI

6989-20 tahun 2019 dengan nilai simpangan baku relatif yang dihasilkan lebih kecil dari CV Horwitz yaitu $1,57\% < 5,16\%$, sehingga dapat dikatakan bahwa data hasil presisi valid dan memiliki tingkat presisi yang tinggi.

4. Akurasi

Akurasi adalah kedekatan hasil uji perolehan kembali dengan spike matriks. Nilai akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (%*Recovery*). Persen perolehan kembali (%*Recovery*) dapat diketahui dengan menghitung perbandingan antara nilai standar terukur dengan nilai standar yang sebenarnya. Hasil uji akurasi dapat dilihat pada tabel 5.

Tabel 5
Hasil Uji Akurasi

Abs	Konsentrasi Contoh (mg/L)	Absorbansi Contoh + Standar	Konsentrasi Contoh + Standar (mg/L)	Konsentrasi Standar yang Ditambahkan (mg/L)	% <i>Recovery</i>
0,0051	2,8729	0,1931	23,7667	20	104,44
0,0051	2,8729	0,2019	24,7444	20	109,33
0,0051	2,8729	0,2010	24,6444	20	108,83
0,0051	2,8729	0,1951	23,9889	20	105,56
0,0051	2,8729	0,2005	24,5889	20	108,56
0,0051	2,8729	0,1920	23,6444	20	103,83
0,0051	2,8729	0,2014	24,6889	20	109,06
0,0051	2,8729	0,2011	24,6556	20	108,89
0,0051	2,8729	0,2015	24,7000	20	109,11
0,0051	2,8729	0,1983	24,3444	20	107,33
Rata-rata					107,49

Berdasarkan hasil uji akurasi sulfat (SO₄²⁻) diperoleh hasil perolehan kembali dengan rata-rata 107,49%. Hasil ini menunjukkan bahwa nilai persentase perolehan kembali yang dihasilkan dari penetapan akurasi pada setiap ulangan menunjukkan tingkat keakurasian yang tinggi dan sudah memenuhi rentang syarat keberterimaan yang ditetapkan dalam SNI 6989-20 tahun 2019 yaitu berada dalam rentang 90%-110%.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil percobaan diperoleh persamaan kurva kalibrasi hasil uji linieritas dengan koefisien korelasi (r) sulfat (SO₄²⁻) lebih besar dari nilai koefisien korelasi minimal yang tercantum dalam syarat keberterimaan yaitu $0,9987 \geq 0,995$, sehingga kurva kalibrasi ini dapat digunakan untuk menganalisis kadar sulfat (SO₄²⁻) dalam air permukaan. Nilai limit deteksi metode (MDL) sulfat (SO₄²⁻) adalah 0,5678

mg/L dan nilai limit kuantisasi (LOQ) adalah 1,8064 mg/L. Nilai %RSD yang didapat dari uji presisi sebesar 1,57% dengan 0,5% CV Horwitz 5,16%. Nilai %*Recovery* dari uji akurasi sulfat (SO₄²⁻) memiliki hasil perolehan kembali dengan rata-rata 107,49%.

Hasil yang didapat dari pengujian verifikasi metode uji penetapan kadar sulfat (SO₄²⁻) dalam air permukaan menggunakan spektrofotometer UV-Vis terhadap parameter uji linieritas, batas deteksi metode, presisi, dan akurasi dapat disimpulkan bahwa hasil uji yang diperoleh sudah memenuhi syarat keberterimaan yang ditetapkan oleh SNI 6989-20 tahun 2019.

BIBLIOGRAFI

- Aggraeni, D. (2014). *Analisis Sulfat (SO₄²⁻) Secara Turbidimetri Dengan Spektrofotometer UV-Vis*.
- BSN. (2019). *SNI 6989-20 Cara uji sulfat, SO₄²⁻ secara turbidimetri*.
- Eurachem. (2014). *Fitness untuk Tujuan Metode Analitis*.
- Hadi, A. (2010). Penentuan batas deteksi metode (Method Detection Level) dan batas kuantifikasi (Limit of Quantitation) pengujian sulfida dalam air dan air limbah dengan biru metilen secara spektrofotometri. *Jurnal Ecolab*, 4(2), 55–96.
- Hanitiyo, N. A. (2015). *Penurunan Kadar SO₄ Pada Air Sumur DIII Teknik Kimia Setelah Melewati Demineralized Water Dengan Metode Spektrofotometer*. Semarang: Universitas Diponegoro.
- Harmita, Harmita. (2004). Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3), 1.
- Himayati, Qisti. (2019). *Analisis Kandungan Logam Berat (Pb, Cd, Cu, Fe) Pada Air Permukaan di Rawa Pening Kabupaten Semarang Jawa Tengah*. Universitas Islam Indonesia.
- Indonesia, Pemerintah Republik. (2021). Peraturan Pemerintah Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan Dan Pengelolaan Lingkungan Hidup. *Kementerian Sekretariat Negara Republik Indonesia, Jakarta*.
- Pemerintah, Peraturan. (2001). Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 82 tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air. *Peraturan Pemerintah. Jakarta*.
- Puspita, Isma Datin Riri Cahya. (2018). *Verifikasi Metode Penentuan Besi (Fe) Terlarut pada Sampel Air Filter Layer Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom Di Balai Konservasi Borobudur*.
- Ritonga, Pangoloan Soleman. (2011). "Air" sebagai Sarana Peningkatan Imtaq (Integrasi Kimia dan Agama). *Sosial Budaya*, 8(2), 267–276.
- Rohyami, Yuli. (2020). *Verifikasi Metode Uji Logam Kobal, Kadmium, Besi, Mangan, dan Arsen pada Contoh Air Sungai di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya*.
- Sukaryono, Ignacius D., Hadinoto, Sugeng, & Fasa, Lalu R. (2017). Verifikasi Metode Pengujian Cemar Logam pada Air Minum dalam Kemasan (AMDK) dengan Metode AAS-GFA. *Majalah Biam*, 13(1), 8–16.
- Syafanti, Meydina. (2020). *Verifikasi metode SNI 19-6964.6-2003 dan validasi metode*

Nurul Asni, Emmi Djonaedi Saleh, Disna Taufik Arifin, Yuyun Lusini, Dani Agus Setiawan

kit pada analisis sianida dalam air laut menggunakan spektrofotometer UV-VIS.
Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.

Torowati, Torowati, & Galuh, Banawa Sri. (2014). Penentuan Nilai Limit Deteksi Dan Kuantisasi Alat Titrasi Potensiometer Untuk Analisis Uranium. *PIN Pengelolaan Instalasi Nuklir*, (13).

Utami, Ardhaningtyas Riza. (2017). Verifikasi Metode Pengujian Sulfat Dalam Air dan Air Limbah Sesuai SNI 6989.20: 2009. *Jurnal Teknologi Proses Dan Inovasi Industri*, 2(1), 19–25.

Copyright holder:

Nurul Asni, Emmi Djonaedi Saleh, Disna Taufik Arifin, Yuyun Lusini, Dani Agus Setiawan (2022)

First publication right:

Syntax Literate: Jurnal Ilmiah Indonesia

This article is licensed under:

