

VERIFIKASI METODE ANALISIS NITRAT PADA SAMPEL AIR BERSIH METODE SALISILAT MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

Diat Rukhiat¹, Tuti Rustiana¹, Mamat Ruhimat²

¹Program Studi D-III Analis Kesehatan, Sekolah Tinggi Analis Bakti Asih, Jalan Padasuka Atas No. 233, Bandung 40192, Indonesia

²Program Studi S-1 Kimia, Sekolah Tinggi Analis Bakti Asih, Jalan Padasuka Atas No. 233, Bandung 40192, Indonesia

E-mail: mangdiat20des@gmail.com

ABSTRAK

Air merupakan sumber daya alam yang penting bagi semua makhluk hidup, oleh karena itu pengolahan air menjadi pertimbangan yang utama untuk menentukan apakah sumber air yang telah diolah menjadi sumber air yang dapat digunakan atau tidak. Salah satu parameter yang diuji dalam air bersih adalah Nitrat. Penelitian ini bertujuan untuk verifikasi metode analisis nitrat metode salisilat. Telah dilakukan verifikasi metode analisis Nitrat dari sampel air bersih metode Salisilat dengan pengukuran menggunakan alat Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 420 nm. Parameter verifikasi yang dilakukan yaitu, linieritas, *limit of detection* (LOD), *limit of quantification* (LOQ), akurasi dan presisi. Uji linieritas diperoleh nilai koefisien korelasi regresi (r) sebesar 0,9986, menunjukkan bahwa hubungan antara konsentrasi analit dan absorbansi sangat linier. Nilai *limit of detection* (LOD) diperoleh sebesar 0,0135 mg/L dan *limit of quantification* (LOQ) diperoleh sebesar 0,0451 mg/L, uji akurasi diperoleh hasil cukup baik sebesar 91,93% dengan syarat keberterimaan 85-115%. Presisi pada sampel standar 1 dan 4,5 ppm diperoleh % RSD sebesar 1,271%, 0,922%, Kemudian nilai CV-Horwitz diperoleh 15,9689% dan 12,7452% sehingga diperoleh 2/3 CV-Horwitz yaitu 10,6459% dan 8,4968%. Berdasarkan hasil perhitungan tersebut dapat disimpulkan bahwa nilai presisi semua didapat nilai %RSD < 2/3 CV-Horwitz yang menunjukkan pengujian ini memiliki ketelitian yang baik dan dapat diterima. Metode ini layak digunakan untuk analisis secara rutin di Laboratorium Lingkungan karena memiliki linearitas, presisi dan akurasi yang baik.

Kata Kunci : Nitrat, Spektrofotometer UV-Vis, Verifikasi Metode

ABSTRACT

Water is an important natural resource for all living things, therefore water treatment is the main consideration to determine whether the treated water source becomes a usable water source or not. One of the parameters tested in clean water is Nitrate. This study aims to verify the nitrate analysis method using the salicylate method. The verification of the Nitrate analysis method from clean water samples using the Salicylate method has been carried out by measuring using a UV-Vis Spectrophotometer at a wavelength of 420 nm. The verification parameters carried out are, linearity, limit of detection (LOD), limit of quantification (LOQ), accuracy and precision. The linearity test obtained a regression correlation coefficient (r) of 0.9986, indicating that the relationship between analyte concentration and absorbance is very linear. The limit of detection (LOD) value was obtained at 0.0135 mg/L and the limit of quantification (LOQ) was obtained at 0.0451 mg/L, the accuracy test obtained quite good results of 91.93% with an acceptance requirement of 85-115%. The precision of the 1 and 4.5 ppm standard samples yielded %RSD of 1.271% and 0.922%. Furthermore, the CV-Horwitz values were 15.9689% and 12.7452%, resulting in 2/3 CV-Horwitz values of 10.6459% and 8.4968%. Based on these calculations, it can be concluded that all precision values obtained had %RSD < 2/3 CV-Horwitz, indicating that this test has good and acceptable accuracy. This method is suitable for routine analysis in Environmental Laboratories due to its good linearity, precision, and accuracy.

Keywords: Nitrate, UV-Vis Spectrophotometer, Method Verification

1. PENDAHULUAN

Air merupakan sumber daya alam yang penting bagi semua makhluk hidup. Manusia dalam kehidupan sehari-hari memerlukan air untuk berbagai keperluan mulai dari air minum, mencuci, mandi, dan kegiatan-kegiatan vital lainnya. Oleh karena itu pengolahan air

menjadi pertimbangan yang utama untuk menentukan apakah sumber air yang telah diolah menjadi sumber air yang dapat digunakan atau tidak (Mastiani, dkk, 2018). Salah satu parameter yang diuji dalam air bersih adalah Nitrat. Nitrat (NO_3^-) adalah senyawa kimia yang secara

alami ditemukan di lingkungan, namun, aktivitas manusia seperti pertanian intensif dan industri dapat meningkatkan kadar nitrat dalam air secara signifikan. Nitrat sendiri bukanlah zat yang berbahaya, tetapi ketika masuk ke dalam tubuh manusia dalam jumlah besar, dapat berubah menjadi nitrit (NO_2^-) yang berbahaya. Nitrat merupakan ion-ion anorganik alami, yang merupakan bagian dari siklus nitrogen. Penentuan konsentrasi nitrat dalam air bersih menjadi sangat penting untuk uji kualitasnya agar aman digunakan, parameter Nitrat dalam air bersih baku mutu yang diperbolehkan tidak lebih dari 20 mg/L. (Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia NO. 2 Tahun 2023).

Validasi atau verifikasi metode untuk analisis menggunakan spektrofotometer Visibel sangat diperlukan untuk mengkonfirmasi bahwa metode tersebut mempunyai unjuk kerja yang konsisten, sesuai dengan yang dikehendaki dalam penerapan metode tersebut (Susanto, Y, 2006).

Untuk mendapatkan data yang valid dari suatu laboratorium disamping pengujian yang dilakukan oleh personal yang kompeten dengan peralatan dan instrumen yang telah terkalibrasi serta sumber daya laboratorium yang mendukung, penggunaan metode yang valid memegang peranan yang sangat penting. Dengan metode yang valid, tingkat akurasi dan presisi data hasil pengujian bisa diketahui. (Hadi, 2007).

Verifikasi merupakan suatu uji kinerja metode standar. Verifikasi ini dilakukan terhadap suatu metode standar sebelum diterapkan di laboratorium. Verifikasi sebuah metode dengan maksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid. Hal ini dikarenakan laboratorium yang berbeda memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda. Sehingga, kinerja antara satu laboratorium dengan laboratorium lainnya tidaklah sama selain itu tujuan verifikasi metode adalah untuk melakukan konfirmasi ulang terhadap metode standar.

Pengujian parameter Nitrat dalam air bersih bisa dilakukan diantaranya dengan metode Brusin sulfat (SNI-06-2480-1991), metode reduksi Kadmium (SNI-6989-79-2011) dan Metode Salisilat (E-Merck) yang semuanya menggunakan alat Spektrofotometer UV-Vis. Verifikasi Metode ini dilakukan terhadap penentuan pengujian nitrat metode Salisilat sesuai dengan yang ada dalam modul Analisis Kimia Air STABA (Rustiana, 2022).

Verifikasi ini dilakukan terhadap metode standar sebelum diterapkan di laboratorium. Hal ini dikarenakan laboratorium yang berbeda memiliki kompetensi personil, kemampuan peralatan dan kondisi yang berbeda, sehingga kinerja antara satu laboratorium

dengan laboratorium lainnya akan berbeda (Utami, 2017).

Parameter yang dapat ditentukan dalam verifikasi metode uji diantaranya yaitu presisi (kecermatan), akurasi (ketepatan), linieritas dan rentang, batas deteksi (limit of detection) dan batas kuantitasi (limit of quantitation), spesifitas (selektivitas), sensitivitas, ketangguhan dan ketahanan. Namun, dalam verifikasi metode uji terdapat parameter minimal yang harus dipenuhi yaitu presisi, akurasi, linieritas dan LoD serta LoQ (Sa'adah dan Winata, 2010).

Berdasarkan latar belakang diatas, peneliti akan melakukan penelitian dengan judul : **Verifikasi Metode Analisis Nitrat pada Sampel Air Bersih Metode Salisilat Menggunakan Spektrofotometer Visibel**

2. METODE PENELITIAN

Jenis Penelitian ini menggunakan metode eksperimental di laboratorium untuk mendapatkan data verifikasi metode analisis nitrat metode salisilat menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Desain penelitian yang digunakan adalah eksperimental sungguhan dengan teknik pra dan pasca analitik.

Populasi yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel air sumur bor yang ada di tempat penelitian. Sampel air sumur bor kode 33/ABKL dan CRM.

Penelitian dilakukan di Laboratorium Kesehatan Provinsi Jawa Barat, Jalan Sederhana No. 5 Bandung.

Penelitian ini dimulai dari perencanaan (penyusunan proposal) hingga akhir dimulai dari bulan Februari 2025 sampai Maret 2025.

Alat :

Alat yang digunakan dalam penelitian yaitu Pipet volume 25,0 mL, 5,0 mL, 3,0 mL, 2,0 mL, 1,0 mL, Cawan pengusap 50 mL dan 100 mL, bila tidak ada dapat diganti dengan Erlenmeyer 100 mL, Waterbath, Oven, gelas kimia 100 mL, Labu ukur 50,0 mL dan 100 mL, Buret Mikro dan Spektrofotometer UV-Vis.

Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu Larutan Aluminium Sulfat, Larutan $\text{Na}_2\text{CO}_3 - \text{NaOH}$, Larutan Natrium Salisilat, Larutan K-Na tartrat-NaOH, Larutan $\text{Ag}_2(\text{SO}_4) 0,025 \text{ N}$, Larutan induk NO_3 , CRM (Certified Reference Material) Nitrat

Prosedur Kerja:

Cara Kerja Analisis Nitrat

- 1) 25,0 ml contoh air bersih jenuh (atau contoh air yang telah di treatment) dimasukkan ke dalam cawan penguin atau labu Erlenmeyer 100 mL
- 2) Tambahkan 1 mL (atau 2 mL) larutan Natrium Salisilat.
- 3) Uapkan di atas waterbath. Residue dikeringkan dalam oven 150°C selama 2 jam. Dinginkan dalam desicator.
- 4) Tambahkan 2 mL H_2SO_4 pekat. Larutkan seluruh residu hati-hati.

- 5) Setelah 10 menit, tambahkan 15 mL aquades dan 15 mL larutan K-Na Tartrat-NaOH aduk.
- 6) Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas, aduk homogen
- 7) Setelah 10 menit, ukur absorbansinya pada panjang gelombang 420 nm.
- 8) Blanko dibuat dari aquades yang diperlukan sama.

Verifikasi Metode

1. Uji Presisi

Untuk Konsentrasi rendah dibuat larutan 1 ppm

- 1) 1,0 ml larutan standar nitrat 100 ppm dimasukkan ke dalam masing-masing 7 cawan penguap atau labu Erlenmeyer 100 mL, tambahkan 20 ml aquadest, kocok.
- 2) Tambahkan masing-masing 2 mL larutan Natrium Salsilat.
- 3) Uapkan di atas waterbath. Residu dikeringkan dalam oven 150° C selama 2 jam. Dinginkan dalam desicator.
- 4) Tambahkan masing-masing 2 mL H₂SO₄ pekat. Larutkan seluruh residu hati-hati.
- 5) Setelah 10 menit, tambahkan masing-masing 15 mL aquades dan 15 mL larutan K-Na Tartrat-NaOH, aduk.
- 6) Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas, aduk homogen
- 7) Setelah 10 menit, ukur absorbansinya pada panjang gelombang 420 nm.
- 8) Blanko dibuat dari aquades yang diperlukan sama.

Untuk konsentrasi tinggi dibuat larutan 4,5 ppm

- 1) 5,0 ml larutan standar nitrat 100 ppm dimasukkan ke dalam masing-masing 7 cawan penguap atau labu Erlenmeyer 100 mL, tambahkan 20 ml aquadest, kocok.
- 2) Tambahkan masing-masing 2 mL larutan Natrium Salsilat.
- 3) Uapkan di atas waterbath. Residu dikeringkan dalam oven 150° C selama 2 jam. Dinginkan dalam desicator.
- 4) Tambahkan masing-masing 2 mL H₂SO₄ pekat. Larutkan seluruh residu hati-hati.
- 5) Setelah 10 menit, tambahkan masing-masing 15 mL aquades dan 15 mL larutan K-Na Tartrat-NaOH, aduk.
- 6) Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas, aduk homogen
- 7) Setelah 10 menit, ukur absorbansinya pada panjang gelombang 420 nm.
- 8) Blanko dibuat dari aquades yang diperlukan sama.

2. Uji Akurasi

A. Perlakuan terhadap sampel air bersih kode lab :33/ABKL

- 1) 25,0 ml contoh air bersih dimasukkan ke dalam 7 cawan penguap atau labu Erlenmeyer 100 mL
- 2) Tambahkan masing-masing 2 mL larutan Natrium Salsilat 0,5%, dikocok
- 3) Uapkan di atas waterbath. Residu dikeringkan dalam oven 150° C selama 2 jam. Dinginkan dalam desicator.
- 4) Tambahkan masing-masing 2 mL H₂SO₄ pekat. Larutkan seluruh residu hati-hati.
- 5) Setelah 10 menit, tambahkan masing-masing 15 mL aquades dan 15 mL larutan K-Na Tartrat-NaOH aduk.
- 6) Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas, aduk homogen
- 7) Setelah 10 menit, ukur absorbansinya pada panjang gelombang 420 nm.
- 8) Blanko dibuat dari aquades yang diperlukan sama

B. Perlakuan terhadap sampel Pemantapan Mutu Internal (100 ppm)

- 1) 1,0 ml larutan PMI (standar nitrat 100 ppm) dimasukkan ke dalam masing- masing 7 cawan penguap atau labu Erlenmeyer 100 mL
- 2) Tambahkan masing-masing 25 mL aquadest dan 2 mL larutan Natrium Salsilat. 0,5%, dikocok
- 3) Uapkan di atas waterbath. Residu dikeringkan dalam oven 150° C selama 2 jam. Dinginkan dalam desicator.
- 4) Tambahkan masing-masing 2 mL H₂SO₄ pekat. Larutkan seluruh residu hati-hati.
- 5) Setelah 10 menit, tambahkan masing-masing 15 mL aquades dan 15 mL larutan K-Na Tartrat-NaOH, aduk.
- 6) Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas, aduk homogen
- 7) Setelah 10 menit, ukur absorbency pada panjang gelombang 420 nm.
- 8) Blanko dibuat dari aquades yang diperlukan sama.

C. Cara kerja penentuan spike pada sampel air bersih

- 1) 1,0 ml larutan standar nitrat 100 ppm dimasukkan ke dalam masing-masing 7 cawan penguap atau labu Erlenmeyer 100 mL yang berisi 25 mL sampel air bersih kode lab.33/ABKL
- 2) Tambahkan masing-masing 2 mL larutan Natrium Salsilat 0,5%.

- 3) Uapkan di atas waterbath. Residu dikeringkan dalam oven 150° C selama 2 jam. Dinginkan dalam desicator.
- 4) Tambahkan masing-masing 2 mL H2SO4 pekat. Larutkan seluruh residu hati-hati.
- 5) Setelah 10 menit, tambahkan masing-masing 15 mL aquades dan 15 mL larutan K-Na Tartrat-NaOH, aduk.
- 6) Pindahkan secara kuantitatif masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas, aduk homogen
- 7) Setelah 10 menit, ukur absorbansinya pada panjang gelombang 420 nm.
- 8) Blanko dibuat dari aquades yang diperlukan sama.

Hasil analisis yang di peroleh di hitung menggunakan data konsentrasi nitrat dari yang hasil spike dikurangi konsentrasi nitrat pada sampel dan dibagi konsentrasi nitrat yang PMI di nyatakan:

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{\text{Kadar spike} - \text{kadar Sampel}}{\text{Kadar PMI}} \times 100\%$$

3. Uji Linieritas

- 1) Variasi larutan standar dibuat dari larutan induk yang diencerkan menjadi 100 ppm. Pipet atau ambil melalui buret masing-masing 1,0 mL, 2,0 mL, 3,0 mL, 4,0 mL, 5,0 mL, masukan ke dalam masing-masing cawan penguap atau labu Erlenmeyer 100 mL.
- 2) Masing-masing ditambahkan 20 ml aquadest
- 3) Tambahkan masing-masing 2 mL larutan Natrium Salsilat .
- 4) Uapkan di atas waterbath. Keringkan dalam oven 150° C selama 2 jam. Dinginkan dalam desicator.
- 5) Tambahkan masing-masing 2,0 mL H2SO4 pekat. Larutkan seluruh residu hati-hati.
- 6) Setelah 10 menit, tambahkan masing-masing 15,0 mL aquades dan 15,0 mL larutan K-Na Tartrat-NaOH, aduk.
- 7) Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas, aduk homogen
- 8) Setelah 10 menit, ukur absorbansinya pada panjang gelombang 420 nm.
- 9) Blanko dibuat dari aquades yang diperlukan sama.

4. Uji Limit Deteksi (LoD)

- 1) 0,50 ml larutan standar nitrat 100 ppm dimasukan melalui buret ke dalam masing-masing 7 cawan penguap atau labu Erlenmeyer 100 mL, tambahkan 15 mL aquadest
- 2) Tambahkan masing-masing 1 mL (atau 2 mL) larutan Natrium Salsilat.
- 3) Uapkan di atas waterbath. Residu dikeringkan dalam oven 150° C selama 2 jam. Dinginkan dalam desicator.

- 4) Tambahkan masing-masing 2,0 mL H2SO4 pekat. Larutkan seluruh residu hati-hati.
- 5) Setelah 10 menit, tambahkan masing-masing 15,0 mL aquades dan 15,0 mL larutan K-Na Tartrat-NaOH, aduk.
- 6) Pindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan aquadest sampai tanda batas, aduk homogen
- 7) Setelah 10 menit, ukur absorbansinya pada panjang gelombang 420 nm.
- 8) Blanko dibuat dari aquades yang diperlukan sama.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Uji Presisi

Uji presisi menggambarkan random error kesalahan acak, nilai presisi biasanya dinyatakan dalam bentuk nilai RSD (Relatif Standard Deviation). Misalnya salah satu standar analit diukur 6 – 10 kali. (Soemardi, 2006). Sedangkan menurut Swartz and Krull, 1997. Uji presisi ditujukan untuk melihat konsistensi kerja dan ketahanan terhadap lingkungan selama analisis berlangsung. Uji presisi dilakukan terhadap 3 (tiga) konsentrasi nitrat, yaitu konsentrasi rendah, menengah dan tinggi dengan pengukuran masing-masing sebanyak 7 kali, dengan hasil seperti pada tabel 3 dibawah ini :

Tabel 1.1. Hasil Uji Presisi dengan konsentrasi nitrat 1 ppm

| No | Absorbans | Konsentrasi (ppm) |
|-------------------|-----------|-------------------|
| 1 | 0.174 | 0.9926 |
| 2 | 0.182 | 1.0362 |
| 3 | 0.177 | 1.0100 |
| 4 | 0.178 | 1.0122 |
| 5 | 0.177 | 1.0089 |
| 6 | 0.179 | 1.0161 |
| 7 | 0.178 | 1.0150 |
| Rata-Rata | | 1.0130 |
| SD | | 0.0129 |
| %RSD | | 1.2709 |
| CV-Horwitz (%) | | 15.9689 |
| 2/3CV-Horwitz (%) | | 10.6459 |

Tabel 1.2. Hasil uji Presisi dengan konsentrasi nitrat 4,5 ppm

| No | Absorbans | Konsentrasi (ppm) |
|--------------------|-----------|-------------------|
| 1 | 0.861 | 4.6108 |
| 2 | 0.858 | 4.5948 |
| 3 | 0.854 | 4.5749 |
| 4 | 0.838 | 4.4921 |
| 5 | 0.836 | 4.4827 |
| 6 | 0.836 | 4.4827 |
| 7 | 0.837 | 4.4827 |
| Rata-Rata | | 4.5315 |
| SD | | 0.0590 |
| %RSD | | 1.3017 |
| CV-Horwitz (%) | | 12.7452 |
| 2/3 CV-Horwitz (%) | | 8.4968 |

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada penentuan presisi menunjukkan nilai % RSD pada nitrat yang konsentrasi 1 ppm dan 4,5 ppm masing-masing sebesar 1,271%; dan 1,302% yang menunjukkan presisi (ketelitian) yang baik karena memenuhi syarat keberterimaan yang telah ditentukan yaitu < 5% untuk analit dengan konsentrasi tinggi dan 10% untuk analit dengan konsentrasi rendah. Kemudian, setelah dilakukan perhitungan pada nitrat yang konsentrasi 1 ppm, dan 4,5 ppm diperoleh nilai CV-Horwitz 15.9689% dan 12,7452%, sehingga diperoleh 2/3 CV-Horwitz yaitu 10.6459% dan 8,4968%. Berdasarkan hasil perhitungan tersebut dapat disimpulkan bahwa nilai presisi pada konsentrasi nitrat 1 ppm dan 4,5 ppm didapat nilai %RSD < 2/3 CV-Horwitz yang menunjukkan pengujian ini memiliki ketelitian yang baik dan dapat diterima.

2. Akurasi

Uji Akurasi merupakan pengujian untuk melihat kedekatan masing-masing hasil pengujian dengan nilai sebenarnya, dan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*persen recovery*). (Swartz and Krull, 1997). Persen perolehan kembali perlu dilakukan karena dapat menyatakan ketelitian suatu metode analisis.

Hasil penentuan akurasi ditampilkan seperti dalam tabel dibawah ini

Tabel 2.1. Hasil Analisis Sampel Air Bersih (Kode sampel 33/ABKL)

| No | Absorbans | Konsentrasi (ppm) | Rata-rata (ppm) |
|----|-----------|-------------------|-----------------|
| 1 | 0.409 | 2.2767 | 2.2798 |
| 2 | 0.411 | 2.2885 | |
| 3 | 0.411 | 2.2869 | |
| 4 | 0.409 | 2.2767 | |
| 5 | 0.409 | 2.2778 | |
| 6 | 0.408 | 2.2740 | |
| 7 | 0.409 | 2.2778 | |

Tabel 2.2. Hasil Penentuan Spike (sampel + 1 mL PMI)

| No | Absorbans | Konsentrasi (ppm) | Rata-rata (ppm) |
|----|-----------|-------------------|-----------------|
| 1 | 0.599 | 3.2761 | 3.2687 |
| 2 | 0.598 | 3.2714 | |
| 3 | 0.596 | 3.2642 | |
| 4 | 0.598 | 3.2709 | |
| 5 | 0.586 | 3.2605 | |
| 6 | 0.596 | 3.2610 | |
| 7 | 0.599 | 3.2771 | |

Tabel 2.3. Hasil Penentuan sampel PMI

| No | Absorbans | Konsentrasi (ppm) | Rata-rata (ppm) |
|----|-----------|-------------------|-----------------|
| 1 | 0.184 | 1.0469 | 1.0758 |
| 2 | 0.196 | 1.1155 | |
| 3 | 0.197 | 1.1210 | |
| 4 | 0.198 | 1.1233 | |
| 5 | 0.183 | 1.0429 | |
| 6 | 0.181 | 1.0273 | |
| 7 | 0.185 | 1.0536 | |

Tabel 4.7. Hasil Penentuan Akurasi dengan Recovery

| No | Spike | Sampel Rata-Rata (ppm) | PMI Rata-Rata (ppm) | % Recovery | Rata-rata (%) Recovery |
|----|--------|------------------------|---------------------|------------|------------------------|
| 1 | 3.2761 | 2.2798 | 1.0758 | 92.61 | 91.93 |
| 2 | 3.2714 | | | 92.18 | |
| 3 | 3.2642 | | | 91.51 | |
| 4 | 3.2709 | | | 92.13 | |
| 5 | 3.2605 | | | 91.16 | |
| 6 | 3.2610 | | | 91.21 | |
| 7 | 3.2771 | | | 92.71 | |

Contoh Perhitungan :

$$\% \text{Recovery No. 1} = \frac{3,2761 - 2,2798}{1,0758} \times 100\% = 92,61\%$$

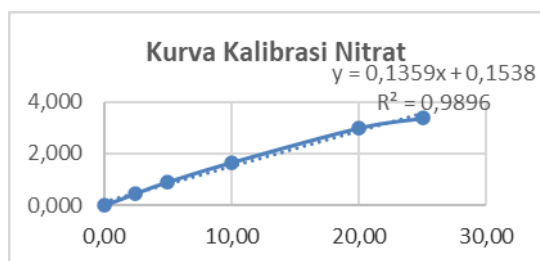
Berdasarkan hasil pengukuran yang telah dilakukan, diperoleh nilai rata-rata konsentrasi sampel sebelum perlakuan yaitu 2,2798 ppm, dan diperoleh nilai sampel PMI rata-rata yaitu 1,0758 ppm, sehingga diperoleh hasil perhitungan untuk nilai %recovery rata-rata yaitu 91,93%. Berdasarkan hasil tersebut nilai %recovery yaitu 91,93% masih memasuki batas keberterimaan akurasi menurut table AOAC (2013) yaitu 80-115 ppm.

3. Linieritas

Hasil uji linieritas disajikan pada gambar 6. Dari hasil pengujian linieritas yang terdapat dalam gambar 3 diperoleh dengan nilai r (koefisien korelasi = 0,9986.) mendekati 1, hal ini menunjukkan bahwa terdapat korelasi yang positif antara konsentrasi larutan nitrat dengan nilai absorbansinya. Dengan hasil perolehan koefisien korelasi tersebut menunjukkan adanya korelasi sempurna untuk semua titik tepat terletak pada garis lurus dan dapat dipertimbangkan sebagai bukti bahwa data tersebut dapat diterima terhadap garis regresi. Garis regresi menyatakan hubungan fungsional antara variabel yang dituliskan dalam bentuk persamaan matematik (Miller and Miller, 1993).

Tabel 3.1. Hasil Uji Linieritas

| NO ₃ ⁻ (ppm) | Absorbans |
|---------------------------------------|-----------|
| 0.00 | 0.000 |
| 1.00 | 0.154 |
| 2.00 | 0.359 |
| 3.00 | 0.547 |
| 4.00 | 0.757 |
| 5.00 | 0.929 |



Gambar 4.1. Grafik Kurva Kalibrasi Standard Nitrat

Nilai r yang mendekati satu menunjukkan bahwa kurva kalibrasi larutan yang digunakan cukup akurat dan dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi analit dalam sampel (Sumardi, 2006).

4. Limit Deteksi (LoD dan LoQ)

Hasil Uji penentuan batas deteksi dan batas kuantitas dihitung secara statistik dengan menggunakan program Excel, disajikan pada tabel 10 dibawah ini.

Tabel 4.1. Hasil Penentuan Limit Deteksi (LoD dan LoQ)

| No | Absorbans | Kosentrasi (ppm) | Rata-Rata (ppm) |
|-----------------------|-----------|---------------------|--------------------|
| 1 | 0.087 | 0.5012 | 0.4950 |
| 2 | 0.087 | 0.5006 | |
| 3 | 0.086 | 0.4921 | |
| 4 | 0.086 | 0.4921 | |
| 5 | 0.085 | 0.4944 | |
| 6 | 0.085 | 0.4904 | |
| 7 | 0.085 | 0.4904 | |
| Simpangan Baku (SD) | | | 0.0045 |
| Batas Diteksi (LoD) | | | 0.0135 |
| Batas Quantitas (LoQ) | | | 0.0451 |

Berdasarkan hasil penentuan limit deteksi seperti pada tabel 10 diatas dapat disimpulkan bahwa analisis nitrat metode salisilat menggunakan spektrofotometer UV-Vis ini cukup sensitif, hal ini bisa dilihat dari hasil tersebut diatas menunjukkan konsentrasi terendah yang mampu terdeteksi dan teridentifikasi oleh metode sebesar 0. 0135 ppm. Konsentrasi terendah yang mampu dikuantitasi dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima sebesar 0,0451 ppm, sehingga konsentrasi nitrat dalam sampel air bersih yang menunjukkan <0,0451 mg/L tidak dapat dikuantitasi dengan baik.

4. KESIMPULAN

Dari hasil verifikasi terhadap metode analisis Nitrat metode salisilat menggunakan spektrofotometer UV-Vis merk Shimadzu UV-1800 yang sudah terkalibrasi didapatkan hasil sebagai berikut :Uji linieritas diperoleh hasil dengan nilai r (koefisien korelasi = 0,9986) mendekati 1, ini menunjukkan adanya korelasi cukup sempurna untuk konsentrasi nitrat dengan nilai absorbansinya. Batas deteksi (LoD) dengan perolehan 0,0135 ppm dan batas kuantitas (LoQ) dengan perolehan 0,0451 ppm menunjukkan bahwa analisis nitrat metode salisilat ini cukup sensitif. Uji keterulangan terhadap standar nitrat dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan cukup akurat dan handal terbukti dari nilai perolehan kembali sebesar rata-rata 91,93 %, angka berada pada rentang yang dipersyaratkan yaitu 80 – 110 %, Presisi pada sampel standar 1 dan 4,5 ppm diperoleh %RSD sebesar 1,271% dan 0,922%, Kemudian nilai %CV-Horwitz diperoleh 15.9689% dan 12,7452% sehingga diperoleh 2/3 %CV-Horwitz yaitu 10.6459%, dan 8,4968%. Berdasarkan hasil perhitungan tersebut dapat disimpulkan bahwa

nilai presisi semua didapat nilai %RSD kurang dari 2% dan $< 2/3$ %CV-Horwitz yang menunjukkan pengujian ini memiliki ketelitian yang baik dan dapat diterima.

Metode ini layak digunakan untuk analisis secara rutin di Laboratorium Lingkungan karena memiliki linearitas, presisi dan akurasi yang baik.

5. DAFTAR PUSTAKA

1. Badan Standarisasi Nasional (BSN), 2001, Sistem Manajemen Mutu Laboratorium. Catatan Pelatihan, BSN, Jakarta
2. Hadi, (2005). Pemahaman dan Penerapan ISO/IEC 17025:2005, PT. Gramedia, Jakarta
3. Haryoto (2009). Bertanam Cabai Rawit dalam Pot, Kanisius, Yogyakarta. Harmita (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya.
4. Hendayana, A. Kadarohman, AA Sumarna, A. Supriatna, 1994. Kimia Analitik Instrumen, edisi kesatu, IKIP Semarang Press, Semarang.
5. Komite Akreditasi Nasional, 2004, Akreditasi Laboratorium, DP.01.11, Jakarta Miller, J.C, J.N. Miller., 1993. Statistics for Analytical Chemistry, 3rd ed., Ellis
6. Riyanto. 2014. Validasi dan Verifikasi Metode Uji. Yogyakarta: Deepublish
7. Sulistiowati, A., 2004. Validasi dan Verifikasi Metode Analisis : PPOMN- Badan POM, Jakarta
8. Suryati Yetty (2006). " Pedoman Praktikum Validasi Metode Analisis secara Spektrofotometri". Makalah pada Pelatihan Ketertelusuran Pengukuran dan Validasi
9. Metode Analisis Kimia Menunjang SNI 19-17025:2005"
10. Sumardi (2006). "Tinjauan Umum Validasi Metode Analisis" Makalah pada Pelatihan Ketertelusuran Pengukuran dan Validasi Metode Analisis Kimia Menunjang SNI 19-17025:2005"
11. Swartz, R., Krull, I.S., 1997. Analytical Method Development and Validation, Marcel Dekker, Inc., New York
12. Spektrofotometer UV-Vis". Makalah pada Pelatihan Ketertelusuran Pengukuran dan Validasi Metode Analisis Kimia Menunjang SNI 19-17025:2005"
13. Utami, A. R. 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