



## PROSIDING

### SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA III

"Teori dan Aplikasi Sains dalam Isu Globalisasi Lingkungan, Profesionalisasi Pembelajaran dan Kewirausahaan"



Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS

Surakarta, 7 Mei 2011

MAKALAH PENDAMPING

KIMIA ANALITIK  
(Kode : B-12)

ISBN : 978-979-1533-85-0

## VERIFIKASI ALAT *FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY (FLAME AAS)* UNTUK PENENTUAN LOGAM NATRIUM, ZINK, FERRUM, MANGAN, CUPRUM, KADMIUM, PLUMBUM, DAN MAGNESIUM

Iwan Hastiawan<sup>1\*</sup>, Novriliza<sup>1</sup>, Yohanes Susanto. R<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Laboratorium Penelitian, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Padjadjaran Bandung

<sup>2</sup>Laboratorium Metrologi Pusat penelitian Kimia Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Bandung.

\*email: hastiawan@unpad.ac.id

### Abstrak

Suatu laboratorium harus selalu melakukan verifikasi kinerja peralatan dan mengkalibrasinya agar dapat digunakan dan menghasilkan hasil uji yang benar. Verifikasi merupakan proses dimana ditentukan persesuaian antara suatu peralatan laboratorium dengan spesifikasi yang tertera untuk peralatan tersebut. Salah satu peralatan yang sangat mendukung untuk penentuan analisis logam adalah *Atomic Absorption Spectrometry (AAS)*. AAS merupakan salah satu teknik analisa yang termasuk ke dalam teknik analisa *flame spectroscopy*. Teknik ini biasa digunakan untuk penentuan kualitatif maupun kuantitatif suatu unsur dari sampel. Tujuan dari penelitian ini adalah mengetahui apakah batas linearitas dan sensitivitas alat FAAS GBC 903 yang digunakan masih sesuai dengan yang tertera pada *manual book* dari alat *Flame AAS* ini dan mengetahui nilai presisi dan limit deteksi dari masing-masing logam. Metodologinya yaitu persiapan larutan induk dan larutan standar dari masing-masing logam, penentuan linearitas, sensitivitas, presisi, dan batas deteksi dari alat *Flame AAS*. Dari hasil penelitian ini untuk logam natrium batas linearitasnya 0,1-0,8 mg/L, sensitivitas 0,003, presisi 0,552%, batas deteksi alat 0,004 mg/L, zink 0,4-1,5 mg/L, zink batas linearitasnya 0,4-1,5 mg/L, sensitivitas 0,110, presisi 0,662%, batas deteksi alat 0,002 mg/L, ferrum batas linearitasnya 2-10 mg/L, sensitivitas 0,046, presisi 0,480%, batas deteksi alat 0,021 mg/L, mangan batas linearitasnya 1-4 mg/L, sensitivitas 0,021, presisi 0,556%, batas deteksi alat 0,004 mg/L, cuprum batas linearitasnya 1-5 mg/L, sensitivitas 0,024, presisi 0,325%, batas deteksi alat 0,003 mg/L, kadmium batas linearitasnya 0,2-1,8 mg/L, sensitivitas 0,008, presisi 0,478%, batas deteksi alat 0,006 mg/L, plumbum batas linearitasnya 2,5-20 mg/L, sensitivitas 0,066, presisi 0,294%, batas deteksi alat 0,003 mg/L, magnesium batas linearitasnya 0,1-0,4 mg/L, sensitivitas 0,002, presisi 0,461%, batas deteksi alat 0,003 mg/L.

**Kata Kunci:** verifikasi, pengukuran, aas, logam

### PENDAHULUAN

Data analisis yang benar hanya dihasilkan dari analisis yang menggunakan metode standar, yang tervalidasi, dan peralatan pengukuran yang terpelihara, terverifikasi dan terkalibrasi. Dengan demikian suatu laboratorium harus selalu melakukan verifikasi kinerja peralatan dan mengkalibrasinya agar dapat digunakan dan menghasilkan hasil uji yang benar atau absah. Akhir-akhir ini telah lahir teknik analisis yang berpeluang mempermudah dalam keperluan

analisis kimia. Salah satu kemajuan teknik analisis ini yang biasa dikenal sekarang diantaranya alat serapan atom yang kemudian sangat mendukung dalam analisis kimia dengan metode Spektroskopik Serapan Atom (AAS).

Logam natrium, zink, ferrum, mangan, cuprum, kadmium, plumbum, dan magnesium dipilih dalam penelitian ini karena logam-logam tersebut merupakan logam yang bersifat racun apabila kandungannya melebihi ambang batas di dalam tubuh manusia, sehingga semua peralatan

yang digunakan untuk pengukuran dan pengujian logam tersebut, termasuk *Flame AAS*, sebelum mulai digunakan harus dikalibrasi atau diperiksa unjuk kerjanya (verifikasi). Laboratorium kimia sudah mempunyai program dan prosedur yang tetap untuk kalibrasi peralatannya.

Dengan penelitian ini maka akan diketahui apakah peralatan *Flame AAS* yang digunakan untuk penentuan suatu kadar logam bekerja secara optimal atau tidak, dimana parameter yang dilakukan dalam verifikasi ini adalah penentuan batas linearitas (*working range*), sensitivitas (kepekaan), penentuan presisi (kecermatan), dan batas deteksi. [1],[2],[3],[5],[6],[9]

## PROSEDUR PERCOBAAN

### Penentuan Linearitas

1. Pembuatan larutan standar 100 mg/L untuk logam natrium, zink, ferrum, mangan, cuprum, kadmium, plumbum, magnesium dari larutan induk 1000 mg/L  
Larutan induk natrium, zink, ferrum, mangan, cuprum, kadmium, plumbum, magnesium 1000 mg/L dari E-merck dipipet sebanyak 10 mL, dimasukan ke dalam labu takar 100 mL. kemudian ditambahkan larutan asam nitrat p.a sebanyak 2 mL, setelah itu diencerkan dengan aquamillipore sampai tanda batas.
2. Pembuatan larutan standar kerja dari logam natrium, zink, ferrum, mangan, cuprum, kadmium, plumbum, dan magnesium  
Masing-masing logam dibuat larutan standarnya dengan rentang kerja yang berbeda-beda dari larutan standar intermediat 100 mg/L, dengan menggunakan rumus pengenceran sebagai berikut :  
 $V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$ , dimana :  
 $V_1$  = volume larutan sebelum diencerkan  
 $V_2$  = volume larutan setelah diencerkan  
 $N_1$  = konsentrasi larutan sebelum diencerkan  
 $N_2$  = konsentrasi larutan setelah diencerkan

- a. Untuk logam natrium rentang kerjanya 0,1 , 0,2, 0,3, 0,4, 0,8, 1, 1,5, 2, dan 2,5 mg/L.
  - b. Untuk logam zink rentang kerjanya 0,4, 0,6, 0,8, 1, 1,2, 1,5, 3, 4, 5, dan 6 mg/L.
  - c. Untuk logam ferrum rentang kerjanya 2 , 4 , 6 , 8 , 10 , 15 , 20 , dan 25 mg/L
  - d. Untuk logam mangan rentang kerjanya 1, 1,5, 2, 2,5, 3, 3,5, 4, 6, 8, 10, dan 12 mg/L.
  - e. Untuk logam cuprum rentang kerjanya 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, dan 20 mg/L.
  - f. Untuk logam kadmium rentang kerjanya 0,2, 0,8, 1,2, 1,4, 1,8, 4, 6, 8, dan 10 mg/L.
  - g. Untuk logam plumbum rentang kerjanya 2,5, 5, 10, 15, 20, 30, 40, dan 50 mg/L.
  - h. Untuk logam magnesium rentang kerjanya 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,8, 1, 1,5, 2, dan 2,5 mg/L.
3. Setiap larutan standar dari masing-masing logam diukur dengan menggunakan alat *Flame-AAS* GBC 903.
  4. Dibuat kurva kalibrasinya dan ditentukan rentang kerja yang linear dari masing-masing logam.

### Penentuan Sensitivitas (kepekaan)

1. Larutan standar diukur absorbansinya dengan menggunakan *FAAS* sebanyak 10 kali pengukuran untuk masing-masing logam.
2. Dihitung absorbansi rata-rata.
3. Dihitung sensitivitasnya dengan menggunakan rumus sebagai berikut :  
 $S = \frac{C}{A}$  dimana :  
C = konsentrasi larutan standar  
A = absorbansi
4. Dibandingkan sensitivitas hasil kerja dengan sensitivitas *manual alat*, dimana sensitivitas alat memenuhi syarat apabila :  
 $S \text{ hasil kerja} \leq S \text{ manual alat} \times 1,25$ .

### Penentuan presisi (kecermatan)

- Larutan standar untuk setiap konsentrasi diukur absorbansinya dengan menggunakan FAAS sebanyak 10 kali pengukuran untuk masing-masing logam.
- Dihitung absorbansi rata-rata, kemudian dihitung *standar deviasi (sd)*, kemudian dihitung *relatif standar deviasi atau rsd (%)*, dimana:
- $$rsd = \frac{sd}{\text{Rata-rata konsentrasi}} \times 100\%$$
  
Idealnya nilai *rsd* ≤ 1 %

### Penentuan batas deteksi

- Larutan blanko disiapkan (larutan blanko yang digunakan adalah aquamillipore).
- Absorbansinya diukur sebanyak 10 kali.
- Dihitung absorbansi rata-rata
- Dihitung *sd*, dinyatakan/diubah menjadi unit konsentrasi.
- Dihitung batas deteksi (*IDL*) dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

Batas deteksi (*IDL*) = rata-rata absorbansi blanko + 3 *sd*. Apabila *sd* tidak diperoleh karena absorbansi blanko = 0, dilakukan prosedur sebagai berikut :

- sebuah blanko yang di "*spiking*" disiapkan dengan "*minimum concentration*" dari analit, artinya : konsentrasi analit yang paling rendah tetapi masih terukur absorbansinya (≠0).
- Absorbansinya diukur sebanyak 10 kali.
- Dihitung absorbansi rata-rata.
- Dihitung *IDL*, dengan menggunakan rumus sebagai berikut :
- $IDL = 3 sd$

## HASIL DAN PEMBAHASAN

**Tabel 1** Data hasil verifikasi FAAS untuk unsur natrium, zink, ferrum, mangan, cuprum, kadmium, plumbum, magnesium.

Unsur	Batas linearitas (mg/L)	Sensitivitas	Presisi (%)	Batas deteksi (mg/L)
Natrium	0,1 - 0,8	0,003	0,552	0,004

Zink	0,4 - 1,5	0,110	0,662	0,002
Ferrum	2 - 10	0,046	0,480	0,021
Mangan	1 - 4	0,021	0,556	0,004
Cuprum	1 - 5	0,024	0,325	0,003
Kadmium	0,2 - 1,8	0,008	0,478	0,006
Plumbum	2,5 - 20	0,066	0,294	0,003
Magnesium	0,1 - 0,4	0,002	0,461	0,003

Spektrometri serapan atom atau AAS merupakan suatu metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metalloid yang berdasarkan pada penyerapan (absorpsi) radiasi oleh atom-atom bebas unsur tersebut (Sumardi & Susanto, 2005). Pada AAS terjadi penyerapan sumber radiasi (diluar nyala) oleh atom-atom netral dalam keadaan gas yang berada dalam nyala. Sampai saat ini metode AAS telah berkembang dengan pesat dan hampir mencapai sejumlah 70 unsur yang dapat ditentukan dengan metode ini (Mulja 1995). *Flame-AAS* untuk penentuan delapan unsur yaitu natrium, zink, ferrum, mangan, cuprum, kadmium, plumbum, dan magnesium, dimana spesifikasi dari verifikasinya yaitu penentuan batas linearitas (*working range*), penentuan sensitivitas (kepekaan), penentuan presisi (kecermatan), dan penentuan batas deteksi (*IDL*). Verifikasi sendiri merupakan proses dimana ditentukan persesuaian antara suatu peralatan laboratorium dengan spesifikasi yang tertera untuk peralatan tersebut. Tujuan dilakukan verifikasi adalah menentukan deviasi atau penyimpangan kebenaran nilai konvensional penunjukkan suatu instrument ukur dan menjamin hasil-hasil pengukuran sesuai dengan standar nasional maupun internasional.

### Persiapan membuat larutan standar

Pertama kali yang dilakukan untuk melakukan verifikasi ialah mempersiapkan larutan standar dari masing-masing unsur. Dimana larutan

standarnya dibuat dari larutan induk 1000 mg/L yang diproduksi oleh Merck yang tertelusur ke NIST. Setiap unsur, larutan standar yang dibuat berbeda konsentrasinya. Hal ini dilakukan karena disesuaikan dengan rentang kerja (*working range*) yang ada pada *manual book* dari alat *Flame AAS*. Pembuatan larutan standar dilakukan dengan menggunakan rumus pengenceran yaitu :  $V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$ . Dimana  $V_1$  merupakan volume larutan sebelum diencerkan,  $N_1$  merupakan konsentrasi larutan sebelum diencerkan,  $V_2$  merupakan volume larutan setelah diencerkan, dan  $N_2$  merupakan konsentrasi larutan setelah diencerkan. Larutan standar sendiri dibuat sesuai dengan rentang kerja yang ada pada *manual book*, tetapi untuk penentuan batas linearitas larutan standar dibuat melebihi konsentrasi yang ada pada *manual book* untuk mengetahui sejauh mana rentang kerja yang masih linear. Menurut Basset, et al., (1994), larutan standar merupakan suatu larutan yang mengandung reagensia dengan bobot yang diketahui dalam suatu volume tertentu larutan. Pada pembuatan larutan standar ini ditambahkan asam nitrat p.a sebanyak 2 mL dengan tujuan agar larutan standarnya tahan lama atau analitnya tidak berkurang akibat bereaksi dengan silika yang terdapat pada kaca labu.

Berikut ini merupakan tabel keterangan dari masing-masing unsur logam di dalam *manual book* alat *FAAS* type GBC 903:

**Tabel 2** Spesifikasi dari masing-masing unsur yang terdapat di dalam *manual book* alat *Flame AAS* type GBC 903.

Unsur	$\lambda$	Working	Sensitivitas
Gas Bakar	Slid	Lamp	
	Range (mg/L)	Current (mA)	
Cu	324,7	1-5	0,025
udara-asetilen	0,5	3,0	(oksidasi)
Zn	213,9	0,4-1,5	0,008
udara-asetilen	0,5	5,0	(oksidasi)

Na	589,0	0,18-0,7	0,004
udara-asetilen	0,5	5,0	(oksidasi)
Mg	285,2	0,1-0,4	0,003
udara-asetilen	0,5	3,0	(oksidasi)
Cd	228,8	0,2-1,8	0,009
udara-asetilen	0,5	3,0	(oksidasi)
Fe	248,3	2-9	0,050
udara-asetilen	0,2	7,0	(oksidasi)
Pb	217,0	2,5-20	0,060
udara-asetilen	1,0	5,0	(oksidasi)
Mn	271,5	1-3,6	0,020
udara-asetilen	0,2	5,0	

### Optimasi Alat *Flame AAS*

Sebelum melakukan pengukuran dengan menggunakan *FAAS*, peralatan *FAAS* dioptimasi terlebih dahulu selama  $\pm$  5-20 menit. Optimasi Spektrometri Serapan Atom dilakukan untuk memberikan wacana dan sejauh mana sensitivitas dan batas deteksi alat terhadap sampel yang akan dianalisis. Alat spektroskopis serapan atom terlebih dahulu harus dioptimasi untuk memperoleh hasil analisis yang baik dan sempurna. Kondisi optimasi analisis dengan metode *Flame AAS* dilakukan agar diperoleh populasi atom pada tingkat dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas untuk atom-atom tersebut dan kemudian berubah ke keadaan eksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar, maka radiasi-radiasi yang diserap akan makin banyak, pada kondisi optimum akan diperoleh serapan maksimal. Kondisi optimum pada alat *Flame AAS* yang perlu mendapatkan perhatian harus disesuaikan dengan kondisi yang ada pada *manual book* seperti yang tertera pada Tabel 1 [5],[6],[7],[8]

### KESIMPULAN

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, alat *FAAS* yang digunakan masih bekerja secara

optimal karena batas linearitas, dan sensitivitas untuk penentuan logam natrium, zink, ferrum, mangan, cuprum, kadmium, plumbum, dan magnesium sesuai dengan spesifikasi yang tertera pada alat F-AAS GBC 903, serta presisi dan batas deteksinya dalam kondisi yang baik.

Logam natrium batas linearitasnya 0,1-0,8 mg/L, sensitivitas 0,003, presisi 0,552%, batas deteksi 0,004 mg/L. Logam zink batas linearitasnya 0,4-1,5 mg/L, sensitivitas 0,110, presisi 0,662%, batas deteksi 0,002 mg/L. Logam ferrum batas linearitasnya 2-10 mg/L, sensitivitas 0,046, presisi 0,480%, batas deteksi 0,021 mg/L. Logam mangan batas linearitasnya 1-4 mg/L, sensitivitas 0,021, presisi 0,556%, batas deteksi 0,004 mg/L. Logam kadmium batas linearitasnya 0,2-1,8 mg/L, sensitivitas 0,008, presisi 0,478%, batas deteksi 0,006 mg/L. Logam plumbum batas linearitasnya 2,5-20 mg/L, sensitivitas 0,066, presisi 0,294%, batas deteksi 0,003 mg/L. Logam magnesium batas deteksinya 0,1-0,4 mg/L, sensitivitas 0,002, presisi 0,461%, batas deteksi 0,003 mg/L.

## DAFTAR RUJUKAN

- [1] Anonymous, 2005. APHA 3111B. American Public Health Association. Washington.
- [2] Basset, J., Denney, R.C., Jeffery, G.H., & Mendham. 1994. *Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Diterjemahkan oleh Pudjaatmaka & Setiono. Penerbit Buku Kedokteran EGC. Jakarta.
- [3] Susanto, Y. & Sumardi. 2005. *Kursus Teknik Analisis, Ketertelusuran & Validasi Metode Menggunakan AAS*. Pusat Penelitian Kimia LIPI. Indonesia.
- [4] Underwood, A.L & Day, R.A. 1981. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Edisi ke empat. Diterjemahkan oleh R. Soendoro. Penerbit Erlangga. Jakarta.
- [5] Cantele, J.E. 1982. *Atomic Absorption Spectrometry*. Vol 5. Elsevier Scietific Publishing Company Inc. NewYork.
- [6] Chrisye, S.F. 2007. Spektroskopi Serapan Atom. <http://www.ilmu-kedokteran.blogspot.com>.
- [7] Darmono. 2001. *Lingkungan Hidup dan Pencemaran, Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam*. Penerbit UI-Press. Jakarta.
- [8] Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol 1. 117-135.
- [9] Mohsin, Y., 2001. Logam Natrium, Mangan, Cuprum, Ferrum, Magnesium. [http://www.Chem-is-try/table\\_periodik.org](http://www.Chem-is-try/table_periodik.org).
- [10] Mulja, M. 1995. *Analisis Instrumental*. Airlangga University Press. Surabaya.
- [11] Primandaru. 2009. Penentuan Kandungan Besi dengan Metode Spektrometri Serapan Atom. <http://www.Primandaruwidjaya.files.wordpress.com>