

**KINERJA ANALITIK PENENTUAN ARSEN DALAM PUPUK NPK
MENGUNAKAN INSTRUMEN *HYDRIDE VAPOR GENERATOR-ATOMIC
ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER (HVG-AAS)***



**JUMMI PALULLUNGAN
H031 20 1069**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

**KINERJA ANALITIK PENENTUAN ARSEN DALAM PUPUK NPK
MENGUNAKAN INSTRUMEN *HYDRIDE VAPOR GENERATOR-ATOMIC
ABSORPTION* (HVG-AAS)**

JUMMI PALULLUNGAN

H031201069



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

**KINERJA ANALITIK PENENTUAN ARSEN DALAM PUPUK NPK
MENGUNAKAN INSTRUMEN *HYDRIDE VAPOR GENERATOR-ATOMIC
ABSORPTION* (HVG-AAS)**

JUMMI PALULLUNGAN

H031201069

Skripsi

Sebagai salah satu syarat untuk mencapai gelar sarjana

Program Studi Kimia

pada

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2024**

SKRIPSI

**KINERJA ANALITIK PENENTUAN ARSEN DALAM PUPUK NPK
MENGUNAKAN INSTRUMEN *HYDRIDE VAPOR GENERATOR-ATOMIC
ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER (HVG-AAS)***

JUMMI PALULLUNGAN

H031201069

Skripsi,

Telah dipertahankan di depan Panitia Ujian Sarjana Program Studi Kimia pada
tanggal 11 Juli 2024
dan dinyatakan telah memenuhi syarat kelulusan
pada

Program Studi Kimia
Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Hasanuddin
Makassar

Mengesahkan:
Pembimbing Tugas Akhir,



Dr. Djabal Nur Basir, M.Si.
NIP. 197403192008011010

Mengetahui:
Ketua Program Studi,



Dr. St. Fauziah, M.Si
NIP. 197202021999032002

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI DAN PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa, skripsi berjudul "Kinerja Analitik Penentuan Arsen dalam Pupuk NPK Menggunakan *Instrumen Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer (HVG-AAS)*" adalah benar karya saya dengan arahan dari pembimbing utama bapak Dr. Djabal Nur Basir, M.Si. Karya ilmiah ini belum diajukan dan tidak sedang diajukan dalam bentuk apapun kepada perguruan tinggi manapun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka skripsi ini. Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa sebagian atau keseluruhan skripsi ini adalah karya orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut berdasarkan aturan yang berlaku.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta (hak ekonomis) dari karya tulis saya berupa skripsi ini kepada Universitas Hasanuddin.

Makasar, 11 Juli 2024



Jummi Palullungan
H031201069

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yesus Kristus oleh karena pimpinan dan penyertaan-Nya penulis dapat menyelesaikan tugas akhir yang berjudul “**Kinerja Analitik Penentuan Arsen dalam Pupuk NPK Menggunakan Instrumen *Hydride Vapor Genertor-Atomic Absorption Spectrophotometer (HVG-AAS)***” sebagai salah satu syarat yang diajukan untuk memperoleh gelar Sarjana Sains di Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin. Tugas akhir ini disusun berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan di Laboratorium Mutu I Departemen Laboratorium PT Pupuk Kalimantan Timur.

Penulis banyak menemui kendala dalam pelaksanaan maupun penulisan tugas akhir ini, namun berkat doa, bantuan, motivasi dan dukungan dari berbagai pihak tugas akhir ini dapat diselesaikan. Dengan segala kerendahan hati penulis ingin menyampaikan terima kasih serta penghargaan setinggi-tingginya kepada:

1. Kedua orang tua, alm. ayah **Nangko** dan ibu **Kalani** yang telah memberikan cinta kasih, dukungan baik materi maupun moril serta selalu menjadi motivasi bagi penulis untuk tetap semangat menyelesaikan pendidikan. Terima kasih untuk setiap kerja keras dan doa yang terus mengalir bagi penulis.
2. Bapak **Dr. Djabal Nur Basir, M.Si** selaku pembimbing utama sekaligus penasehat akademik yang telah meluangkan waktu, tenaga, dan pikiran ditengah-tengah kesibukan serta dengan penuh kesabaran memberi ilmu dan membimbing penulis selama penelitian dan penyusunan tugas akhir ini.
3. Ibu **Prof. Dr. Indah Raya, M.Si** dan bapak **Drs. Fredryk Welliam Mandey, M.Sc** selaku tim dosen penguji, terima kasih untuk setiap saran dan juga diskusi yang telah diberikan demi perbaikan tugas akhir ini.
4. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam bapak **Dr. Eng. Amiruddin** beserta seluruh dosen dan staf Fakultas MIPA Unhas.
5. Ketua Departemen Kimia Fakultas MIPA Unhas ibu **Dr. St. Fauziah M.Si** dan Sekretaris Departemen ibu **Dr. Nur Umriani, M.Si**. beserta seluruh dosen dan staf Departemen Kimia **kak Rahma** yang senantiasa memberikan bantuan bagi penulis selama menempuh pendidikan di Departemen Kimia Fakultas MIPA Unhas.
6. Bapak **Drs. Fredryk Welliam Mandey, M.Sc** yang telah banyak membantu serta memberikan motivasi bagi penulis selama menempuh pendidikan di Departemen Kimia Fakultas MIPA Unhas.
7. Seluruh Analis Laboratorium Kimia Departemen Kimia Fakultas MIPA Unhas atas segala bantuan yang telah diberikan.
8. Ibu **Chairunnisa** selaku *Vice Pesident* Departemen Laboratorium PT Pupuk Kalimantan Timur
9. Ibu **Hendriani Sapitri** selaku AVP Laboratorium Mutu sekaligus pembimbing lapangan penulis dan juga Pak **Eko Sandi** yang telah bersedia meluangkan waktu untuk membimbing juga mengarahkan penulis ditengah-tengah kesibukan.

10. Seluruh staff dan kakak- kakak analis di Departemen Laboratorium PT Pupuk Kalimantan Timur utamanya di **Laboratorium Mutu I (Mas Rusli, Kak Atul, Kak Irhas, Kak Ibnu, Mas Ical, Mas Rangga, dan Mas Arsan)** yang telah berbagi ilmu, membimbing juga mengarahkan penulis selama melaksanakan penelitian di laboratorium Mutu I.
11. Keluarga tercinta, kakak-kakak **Yunus Rassen, Martha Loboran, Agus Palullungan, Aris Palullungan, Yohanis Palullungan,** dan **Yohanis Mangape** serta keponakan-keponakan **Kristin Suares, Kevin Suares, Shenon Azalia Palullungan, Sheren Azalia Palullungan, Mutiara Graziela Zyena Palullungan, Aksel Timoty Palullungan, Neta Palullungan, Nando Palullungan, Ivana Appa Palullungan,** dan **Connie Augustafilia Mangape** yang selalu memberi dukungan serta motivasi bagi penulis.
12. Teman-teman seperjuangan selama melaksanakan kegiatan PKL **Jess, Vivi, Risna, Intan, Randi, Ali,** dan **Pirdaus.**
13. Teman-teman **Nital, Janti, Dita** dan **Sepriani** atas kebersamaan, saran, dukungan, bantuan dan juga motivasi bagi penulis
14. Teman-teman seperjuangan **Kimia Analitik 2020 (Satrina, Septiyana, Adel Dea, Niksi, Awin, Ipeh, Mude, Yurni, Tarisha, Insana, Abi dan Harwan)** atas segala bantuan, saran, dukungan juga motivasi bagi penulis.
15. Teman-teman **Kimia 2020 (Isomer)** atas segala bantuan dan kebersamaannya selama perkuliahan.
16. Teman-teman **Orang Baik (Nital, Sepriani, Chatrine, Angel, Merlia, Peby, Cealsea, Asi, Yefan, Gio, Yudi, Aeron, dan Ryval)** atas setiap doa, dukungan, motivasi, dan juga canda tawa selama perkuliahan.
17. Teman-teman KKN Posko Pangli (**Cece, Alda, Angel, Selin, Koko, Adrian, dan Indra**) terima kasih untuk setiap canda tawa, dukungan, serta doa bagi penulis.
18. **GMKI Komisariat FMIPA Unhas, Himpunan Mahasiswa Kimia FMIPA Unhas, dan PMKO Filadefia MIPA-Farmasi** yang telah memberikan pengalaman, pelajaran serta menjadi wadah untuk berpelayanan dan pengembangan diri penulis.

Penulis mengucapkan banyak terima kasih atas kontribusi bantuan dalam berbagai bentuk dan penulis menyadari bahwa masih banyak kesalahan dalam penyusunan tugas akhir ini. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan kritik dan saran seluas-luasnya dari pembaca yang kemudian akan penulis jadikan sebagai evaluasi. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca dan juga untuk penulis sendiri, Amin.

Makassar, 12 Juni 2024

Penulis

ABSTRAK

JUMMI PALULLUNGAN. **Kinerja Analitik Penentuan Arsen dalam Pupuk NPK Menggunakan Instrumen Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer (HVG-AAS)** (dibimbing oleh Djabal Nur Basir).

Latar belakang. Salah satu kontaminan yang paling sering ditemukan dalam tanah adalah arsen. Kandungan arsen dalam tanah dapat disebabkan oleh beberapa faktor, salah satunya adalah penambahan unsur tertentu dalam jumlah yang melebihi batas semestinya. Penambahan unsur tertentu tersebut dapat berupa pupuk ataupun pestisida. **Tujuan.** Penelitian ini bertujuan untuk menentukan nilai parameter kinerja analitik dan validitas hasil pengukuran metode penentuan arsen dalam pupuk NPK dengan menggunakan instrumen *Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometry* (HVG-AAS). **Metode.** Parameter uji yang dilakukan dalam penelitian ini adalah linearitas, akurasi, presisi, batas deteksi, batas kuantitasi, dan ketahanan metode. **Hasil.** Nilai parameter kinerja analitik yang diperoleh adalah linieritas $r = 0,9966$ dengan akurasi 98,94%. Persen CV untuk presisi *repeatability* adalah 3,89% dan *reproducibility* adalah 7,12%. Nilai limit deteksi dan limit kuantitasi masing-masing adalah 1,41 $\mu\text{g/L}$ dan 4,08 $\mu\text{g/L}$ serta ketahanan metode diperoleh nilai T hitung $< T$ tabel dan F hitung $< F$ tabel. **Kesimpulan.** Validitas hasil pengukuran dari metode penentuan arsen dalam pupuk NPK menggunakan instrumen *Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer* (HVG-AAS) telah dipenuhi dan dapat digunakan sebagai analisis rutin dalam laboratorium.

Kata kunci: analisis, arsenik, HVG-AAS, kinerja, pupuk NPK.

ABSTRACT

JUMMI PALULLUNGAN. **Analytic Performance of Arsenic Determination in NPK Fertilizer Using Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer (HVG-AAS) Instrument** (supervised by Djabal Nur Basir).

Background. One of the most common contaminants found in soil is arsenic. Arsenic content in soil can be caused by several factors, one of which is the addition of certain elements in an amount that exceeds the proper limit. The addition of certain elements can be in the form of fertilizers or pesticides. **Aim.** This study aims to determine the value of analytical performance parameters and validity of measurement results of arsenic determination method in NPK fertilizer using Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometry (HVG-AAS) instrument. **Methods.** The test parameters performed in this study were linearity, accuracy, precision, limit of detection, limit of quantitation, and method robustness. **Results.** The analytical performance parameter values obtained were linearity $r = 0.9966$ with an accuracy of 98.94%. Percent CV for precision repeatability is 3.89% and reproducibility is 7.12%. The limit of detection and limit of quantitation values are 1.41 $\mu\text{g/L}$ and 4.08 $\mu\text{g/L}$ respectively and the robustness of the method obtained the value of t count $<$ t table and f count $<$ f table. **Conclusion.** The validity of the measurement results of the method for determining arsenic in NPK fertilizer using the Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer (HVG-AAS) instrument has been met and can be used as a routine analysis in the laboratory.

Keywords: analysis, arsenic, HVG-AAS, NPK fertilizer, performance.

DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
DAFTAR ISTILAH	x
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.2 Teori.....	2
1.2.1 Pupuk NPK.....	2
1.2.2 Arsen	3
1.2.3 Kinerja Analitik.....	4
1.2.4 Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer (HVG-AAS).....	5
1.3 Rumusan Masalah	8
1.4 Tujuan Penelitian.....	8
1.5 Manfaat Penelitian	8
BAB II METODE.....	9
2.1 Bahan Penelitian	9
2.2 Alat Penelitian	9
2.3 Waktu dan Tempat Penelitian	9
2.4 Prosedur Penelitian.....	9
2.4.1 Preparasi Sampel.....	9
2.4.2 Pembuatan Standar As (SNI 2803:2012).....	9
2.4.3 Kinerja Analitik (SNI 2803:2012).....	10
BAB III HASIL DAN PEMBAHASAN	13
3.1 Uji Linearitas.....	13
3.2 Uji Akurasi.....	14
3.3 Uji Presisi.....	15

3.4 Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi.....	17
3.5 Uji Ketahanan (<i>Robustness</i>).....	18
BAB IV KESIMPULAN	21
4.1 Kesimpulan	21
DAFTAR PUSTAKA	22
LAMPIRAN	25

DAFTAR TABEL

Nomor urut	Halaman
1 Hasil Uji Akurasi	15
2 Hasil Uji Presisi (<i>Repeatability</i>)	15
3 Hasil Uji Presisi (<i>Reproducibility</i>)	16
4. Hasil Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi	17
5. Hasil Pengukuran Sesuai SNI 2803:2012	18
6. Hasil Pengukuran dengan Adanya Perubahan	19
7. Hasil Uji T	19
8. Hasil Uji T	19

DAFTAR GAMBAR

Nomor urut	Halaman
1. Instrumentasi <i>Hydride Vapor Generator</i>	6
2. Instrumentasi <i>Atomic Absortion Spectrophotometer</i>	7
3. Kurva Kalibrasi Deret Standar As	14

DAFTAR LAMPIRAN

Nomor urut	Halaman
1. Perhitungan	25
2. Bagan Kerja	43
3. Dokumentasi	49

DAFTAR ISTILAH

Lambang/Singkatan	Arti dan penjelasan
HVG	Hydride Vapor Generator
AAS	Atomic Absorption
LOD	Limit of Detection
LOQ	Limit of Quantitation
CRM	Certified Reference Material
SRM	Standar Reference Material
CV	Coefficient Variation
ISO	International Organization for Standardization
SNI	Standar Nasional Indonesia
AOAC	Association of Official Analytical Chemists
SI	Satuan Internasional
RSD	Relative Standard Deviation
N	Normalitas
µg/L	Mikrogram per Liter
As	Arsen
World Health Organization	WHO

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia menjadi salah satu negara agraris yang sebagian besar penduduknya bermata pencaharian sebagai petani. Seiring dengan meningkatnya kebutuhan terhadap hasil produksi pertanian, maka kebutuhan akan pupuk yang digunakan untuk memenuhi nutrisi tanaman juga meningkat. Penggunaan pupuk terutama pupuk anorganik meningkatkan kandungan logam berat pada lahan pertanian (Harkani dan Nurdiana, 2018). Logam berat merupakan komponen alam tanah yang tidak dapat didegradasi ataupun dihancurkan (Hindarwati et al., 2023).

Menurut Juharna et al. (2022) logam berat merupakan istilah yang umum digunakan untuk menyebutkan jenis logam dengan berat lebih atau sama dengan 5 g/cm³. Keberadaan logam berat memainkan peran penting dalam pertumbuhan dan sebagai nutrisi penting pada konsentrasi yang lebih rendah, tetapi pada konsentrasi yang lebih tinggi menghasilkan beberapa efek yang merugikan (Kumar et al., 2023). Logam berat akan terakumulasi dalam tanah dan terserap oleh tanaman yang dikonsumsi sehingga akan berpengaruh pula pada kesehatan manusia (Hindarwati et al., 2023). Kelompok logam berat yang tidak memiliki fungsi sama sekali bagi tubuh yaitu timbal (Pb), merkuri (Hg), arsenik (As), kadmium (Cd), dan tembaga (Cu). Logam berat ini bahkan sangat berbahaya dan bersifat toksik pada manusia (Agustina, 2010).

Arsen menjadi salah satu logam berat yang sering ditemukan pada lahan pertanian. Kontribusi arsen pada lahan pertanian biasanya diakibatkan adanya penambahan unsur tertentu dengan jumlah yang melebihi batas pemakaian yang seharusnya seperti penggunaan pestisida atau pupuk anorganik (Aisyah et al., 2018). Arsen digunakan untuk campuran logam lain misalnya logam timbal (Pb) dalam pembuatan *shot* (partikel bundar berukuran pasir) dan insektisida berbentuk arsenat -Ca dan Pb, sedangkan arsen putih (As₂O₃) biasanya digunakan untuk membasmi rumput liar. Selain dari pestisida, masuknya arsen ke lahan pertanian juga berasal dari pupuk (Herman, 2006). Arsen terkandung dalam pupuk N, P, pupuk kandang, kapur dan kompos masing-masing sebesar 2,2-120 mg/kg; 2-1200 mg/kg; 3-25 mg/kg; 0,1-25 mg/kg dan 2-52 mg/kg. Arsen termasuk logam berat yang bersifat toksik dan berbahaya bagi kelangsungan hidup semua makhluk hidup oleh karena itu produk-produk pertanian dituntut mempunyai standar mutu yang bagus dan aman untuk dikonsumsi (Purbalisa et al., 2018).

Industri pupuk di Indonesia seperti PT Pupuk Kalimantan Timur menjadi salah satu produsen pupuk terbesar di Indonesia. Salah satu jenis pupuk yang diproduksi PT Pupuk Kalimantan Timur yaitu Pupuk NPK. Adapun bahan-bahan yang digunakan dalam pembuatan pupuk NPK yaitu Urea, *Diammonium phosphate* (DAP)/*Rock phosphate* (RP), Kalium klorida (KCl), *Clay*, air, dan juga bahan-bahan lain berupa makronutrien berkualitas tinggi (PKT, 2024). Proses pembuatan pupuk NPK yang menggunakan banyak bahan memungkinkan terbentuknya unsur lain yang

tidak diinginkan seperti logam berat sehingga diperlukan pemantauan agar jumlah logam berat tidak melebihi batas maksimum yang diatur oleh pemerintah (Hindarwati et al., 2023). Salah satu departemen di PT Pupuk Kalimantan Timur yang berperan dalam pengujian kualitas produk yang dihasilkan termasuk pupuk NPK yaitu Departemen Laboratorium. Badan Standarisasi Nasional (BSN) telah menetapkan parameter-parameter yang perlu dianalisis dalam pupuk NPK padat sebagaimana diatur dalam SNI 2803:2012. Salah satu parameter tersebut adalah cemaran logam berat seperti arsen.

Departemen laboratorium dalam pemenuhan kualitas pupuk NPK hasil produksi juga melakukan analisis cemaran logam berat. Adapun metode uji yang digunakan dalam suatu laboratorium haruslah menghasilkan data yang valid (Wiyantoko et al., 2017). Validitas hasil pengujian menurut Hayon et al. (2021) dapat diperoleh dengan melakukan pengujian terhadap metode yang akan digunakan. Pengujian ini bertujuan untuk memastikan bahwa metode uji yang akan digunakan secara rutin dalam laboratorium bekerja dengan baik dalam lingkungan lokal laboratorium serta mempunyai kesesuaian dalam penggunaan atau belum. Terdapat parameter-parameter uji yang dilakukan untuk memperoleh hasil pengujian yang valid, seperti linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi, limit kuantitasi, selektifitas, kekasaran serta ketahanan metode.

Hayon et al., (2021) telah melakukan pengujian terhadap metode analisis kadar kadmium dalam pupuk NPK berdasarkan SNI 2803:2012 sebelum digunakan sebagai analisis rutin dalam Laboratorium Mutu I PT Pupuk Kalimantan Timur. Selanjutnya, Laboratorium Mutu I akan melakukan analisis rutin terhadap cemaran logam berat arsen dalam pupuk NPK berdasarkan SNI 2803:2012 dengan menggunakan instrumen *Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer* (HVG-AAS). Instrumen HVG-AAS digunakan pada penentuan unsur-unsur yang bersifat mudah menguap seperti arsen dan selenium. Oleh karena itu, untuk mengetahui kinerja instrumen dan memastikan bahwa metode analisis yang digunakan dapat memberikan hasil yang valid, dapat dipercaya serta dapat dipertanggungjawabkan maka dilakukan pengujian kinerja analitik. Adapun parameter uji yang dilakukan adalah akurasi, presisi, limit deteksi, limit kuantitasi, dan ketahanan metode.

1.2 Teori

1.2.1 Pupuk NPK

Pupuk dapat didefinisikan sebagai suatu bahan yang ditambahkan pada media tanam atau tanaman untuk mencukupi kebutuhan hara yang diperlukan tanaman sehingga mampu berkembang dengan baik. Pupuk dibagi menjadi dua jenis yaitu pupuk organik dan pupuk anorganik. Pupuk organik yaitu jenis pupuk yang berasal dari makhluk hidup seperti pelapukan sisa-sisa tanaman, hewan dan manusia (Wiyantoko et al., 2017). Adapun beberapa sumber pupuk organik dapat berupa kompos, pupuk hijau, pupuk kandang, dan sisa panen (bagas tebu, brangkas, jerami, tongkol jagung, dan sabut kelapa, serta limbah ternak). Sementara, pupuk

anorganik adalah pupuk yang dibuat oleh pabrik-pabrik pupuk menggunakan bahan kimia anorganik berkadar hara tinggi seperti urea, NPK, dan lain-lain (Lingga dan Marsono, 2000). Pupuk NPK merupakan salah satu jenis pupuk anorganik yang paling umum digunakan masyarakat dalam bidang pertanian maupun perkebunan. Pupuk NPK berbentuk cair maupun padat yang memiliki kandungan unsur hara nitrogen, fosfor dan kalium. Kandungan unsur hara pada pupuk NPK adalah nitrogen 15% dalam bentuk NH_3 , fosfor 15% dalam bentuk P_2O_5 , dan kalium 15% dalam bentuk K_2O (Toha et al., 2001). Penggunaan pupuk NPK yang tepat untuk lokasi yang spesifik akan sangat menguntungkan baik secara teknis, ekonomis, maupun lingkungan (Kaya, 2013).

1.2.2 Arsen

Aktivitas manusia terutama kegiatan industri berdampak besar pada percepatan akumulasi logam berat dalam rantai makanan. Logam berat umumnya dikenal sebagai logam yang terbentuk secara alami dan memiliki kepadatan unsur lebih dari 5 g/cm^3 dengan nomor atom lebih dari 20 (Ahmed et al., 2022). Beberapa contoh logam berat seperti timbal (Pb), kadmium (Cd), seng (Zn), merkuri (Hg), arsenik (As), perak (Ag) kromium (Cr), tembaga (Cu) dan besi (Fe). Logam berat tersebut sangat berbahaya bagi kesehatan manusia. *World Health Organization* (WHO) memperkirakan sekitar 60--80% penyebab kontaminasi logam berat dalam tubuh manusia adalah asupan logam berat melalui konsumsi makanan (Jaishankar et al., 2014).

Salah satu logam berat yang bersifat toksik dan sangat berbahaya yaitu arsen. Arsen (As) adalah suatu unsur kimia semilogam pada golongan VA dengan nomor atom 33, berat atom 74,92 g/mol, berat jenis $5,72 \text{ g/cm}^3$, titik leleh 817°C , dan titik didih 613°C . Arsen jarang ditemukan dalam bentuk unsur karena biasanya membentuk berbagai macam senyawa kompleks, bisa berupa trivalen (As^{3+}) atau pentavalen (As^{5+}) yang terdapat secara luas di alam. Arsen di air ditemukan dalam bentuk As^{3+} berupa senyawa arsen trioksida (As_2O_3), natrium arsenit (Na_3AsO_3), dan arsen triklorida (AsCl_3). Sementara itu As^{5+} berupa senyawa arsen pentaoksida (As_2O_5), asam arsenat (H_3AsO_4), timbal arsenat ($\text{Pb}_3(\text{AsO}_4)_2$), dan kalsium arsenat ($\text{Ca}_3(\text{AsO}_4)_2$) (Cahyadi, 2009). Arsen dalam tanah berupa bijih, yaitu arsenopirit (FeAsS) atau orpimen (As_2S_3) yang pada akhirnya bisa mencemari air. Arsen merupakan unsur kerak bumi yang berjumlah besar yaitu menempati urutan ke-20 dari unsur kerak bumi, sehingga sangat besar kemungkinannya mencemari air tanah dan air minum (Maryati, 2012). Arsen merupakan salah satu logam berat yang mempunyai sifat sangat beracun dan memiliki dampak merusak lingkungan. Menurut Cahyadi (2009), ada beberapa kegiatan manusia yang mampu melepaskan arsen menuju tanah, air dan udara antara lain:

1. pelepasan As ke tanah; 95 % As yang dibebaskan ke tanah berasal dari kegiatan industri, misalnya penggunaan pestisida, limbah disposal dan limbah lumpur industri.
2. pelepasan As ke udara; setengah As yang ada di udara (atau 8.500 ton As/tahun) berasal dari abu hasil letusan gunung berapi, asap kebakaran hutan,

serta dari berbagai kegiatan industri, antara lain pertanian khususnya pestisida, serta industri peralatan listrik.

3. pelepasan As ke air; sebagian besar As dibebaskan ke air melalui proses alami saat perubahan cuaca serta kegiatan industri, pencucian tanah dan aktifitas penduduk urban.

1.2.3 Kinerja Analitik

Kinerja analitik merupakan suatu tindakan uji kelayakan terhadap suatu metode baku maupun metode yang dikembangkan sebelum diterapkan di laboratorium. Kinerja analitik bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium tersebut mampu melakukan pengujian menggunakan metode uji serta menghasilkan data yang valid. Kinerja analitik dibedakan menjadi dua yaitu validasi dan verifikasi. Validasi metode merupakan suatu proses untuk membuktikan bahwa karakteristik kinerja metode analisis telah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan sebelumnya. Sementara, verifikasi metode adalah suatu proses untuk membuktikan bahwa laboratorium mampu menggunakan metode analisis baku/standar pada kondisi nyata di laboratoriumnya. Perbedaan validasi dan verifikasi metode terletak pada penggunaan metode yang akan diuji. Dalam validasi, metode pengujian yang digunakan adalah metode tidak baku seperti jurnal, metode dari *manual book* alat, dan lainnya. Sementara, verifikasi metode menggunakan metode pengujian standar seperti ISO, SNI, AOAC, dan standar lainnya (Kartika, 2021). Adapun dalam kinerja analitik tersebut terdapat parameter-parameter pengujian yang dilakukan yaitu akurasi, presisi, linieritas, limit deteksi, limit kuantitasi, ketangguhan dan ketahanan, sensitifitas, dan selektivitas (Kartika 2021).

Akurasi diartikan sebagai kesesuaian antara hasil analisis dengan nilai benar analit atau nilai acuan analit yang dapat diterima. Akurasi dapat ditentukan melalui berbagai cara seperti pemakaian *certified reference material* (CRM), perbandingan dengan metode lain dan standar adisi (Sa'adah dan Wianata, 2010). Presisi dinyatakan sebagai tingkat keseksamaan nilai beberapa hasil pengujian yang dilakukan secara berulang-ulang. Presisi dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*), presisi antara (*intermediate precision*), dan ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan (*repeatability*) merupakan keseksamaan metode yang diperoleh dari hasil pengulangan dengan menggunakan metode, operator, peralatan, pereaksi, dan laboratorium yang sama. Presisi antara (*intermediate precision*) merupakan presisi yang dilakukan dengan cara mengulang pemeriksaan terhadap contoh uji dengan alat, waktu, pereaksi, dan analisis yang berbeda namun dalam laboratorium yang sama. Ketertiruan (*reproducibility*) adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda, biasanya pengujian dilakukan dalam laboratorium yang berbeda, dengan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analisis yang berbeda pula (Kartika, 2021).

Linieritas merupakan kemampuan cara kerja analisis yang menghasilkan konfirmasi analisis yang langsung dan proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel uji (Maryati, 2012). Uji linieritas dilakukan terhadap suatu seri larutan standar yang terdiri dari minimal lima konsentrasi yang berbeda. Parameter

hubungan kelinearan yang digunakan yaitu koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R_2). Linearitas suatu metode akan memenuhi syarat apabila diperoleh nilai koefisien korelasi $\geq 0,995$ (AOAC, 2003). *Limit of Detection* (LOD) adalah jumlah terkecil analit sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko, akan tetapi tidak perlu terkuantifikasi. Sementara *Limit of Quantitation* (LOQ) adalah konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima (Vera, 2011). Nilai LOD yang baik adalah serendah-rendahnya karena menunjukkan tingkat sensitivitas alat yang semakin tinggi. Nilai LOD dan LOQ dapat ditentukan dengan beberapa cara seperti *Signal to Noise*, Penentuan Blanko, dan Kurva Kalibrasi (Handayani, 2020).

Ketangguhan (*Ruggeness*) adalah tingkat ketertiruan hasil uji dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji. Sementara ketahanan (*Robustness*) adalah suatu ukuran dari kemampuan metode uji untuk tidak terpengaruh oleh perubahan dan variasi kecil dari parameter-parameter dalam metode uji dan tetap menunjukkan performa yang baik seperti pada kondisi normal (Sukaryono et al., 2017). Sensitivitas adalah kepekaan metode untuk memberikan respon terhadap sejumlah komponen yang dapat atau tidak dapat dibedakan satu sama lain. Selektivitas merupakan konfirmasi identitas dari metode yang digunakan untuk membedakan antara analit yang satu dengan gangguan pengotor (Sa'adah dan Winata, 2010).

1.2.4 Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer (HVG-AAS)

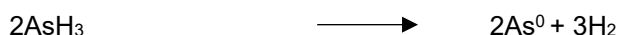
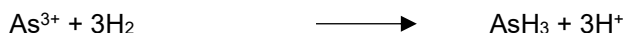
Hydride Vapor Generator (HVG). Penentuan arsen dalam sampel lingkungan terutama pada daerah rawan paparan arsen sangatlah penting. Berbagai metode deteksi dan penentuan arsen ini telah dikembangkan. Namun metode-metode tersebut masih memiliki kelemahan dimana batas deteksi minimum hanya berkisar pada 10 mg/L dan tidak mampu menentukan untuk tingkat yang lebih rendah lagi. Selain itu, metode-metode tersebut juga membutuhkan waktu yang lama dan tidak cocok untuk pemantauan rutin sejumlah besar sampel (Tanase et al., 2010).

Teknik *Hydride Generator* (HG) adalah teknik yang paling populer digunakan untuk penentuan arsen dalam berbagai sampel, terutama sampel dari lingkungan (Hung dkk. 2004). Holak pada tahun 1969 berhasil menemukan teknik *hydride generator* ini yang awalnya dikembangkan sebagai metode atomisasi untuk spektrofotometer serapan atom dimana natrium tetrahidroborat digunakan sebagai pereduksi untuk menghasilkan hidrida (Tanase et al., 2010). Teknik *hydride generator* yang digabungkan dengan spektrofotometer serapan atom sekarang menjadi salah satu teknik instrumental yang paling penting untuk mendeteksi dan mengkuantifikasi As, Bi, Ge, Sb, Pb, Se, Te, dan Sn dalam berbagai matriks lainnya (Hung et al. 2004). Penggunaan NaBH_4 sebagai pereduksi memiliki kelebihan yaitu reaksi pembentukan uap hidrida hanya membutuhkan waktu yang singkat dan juga dapat digunakan untuk analisis multi elemen (Hazra et al., 2014). Penentuan arsen menggunakan teknik *hydride generator* dilakukan dengan mereduksi semua arsen yang terekstrak pada

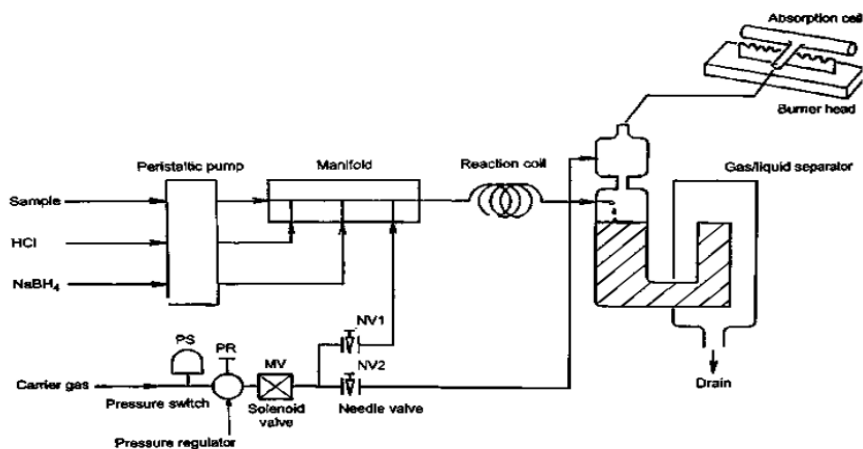
proses destruksi yang masih dalam bentuk arsen (V). Arsen (V) akan diubah menjadi arsen (III) dengan bantuan pereaksi KI 20%. Reaksi reduksi arsen (V) menjadi arsen (III) yaitu (Hazra et al., 2014) :



Proses reduksi akan memudahkan proses pembentukan hidrida pada pengukuran dengan spektrofotometer serapan atom uap hidrida. Arsen (III) yang terbentuk kemudian direduksi kembali menjadi bentuk hidrida dengan reaksi sebagai berikut (Hazra dkk., 2014).



Prinsip kerja HVG yaitu sampel, HCl dan NaBH_4 dialirkan oleh pompa ke *manifold* agar bercampur dan diteruskan ke *coil* (lingkaran) untuk membentuk hidrida. Campuran reaksi mengandung hidrida, hidrogen, uap air dan sisa *reagent* dibawa oleh gas pembawa ke tempat pemisah antara gas dan cair. Didalam tempat pemisah, fase gas dipisahkan dari cairan dan dikirim ke sel absorpsi oleh gas pembawa, sementara sisa cairan dibuang. Sel absorpsi dipanaskan oleh nyala udara-asetilen untuk mempirolisa hidrida. Hal tersebut dapat mengatomisasikan unsur target untuk dianalisa menggunakan AAS (Hazra et al., 2014).



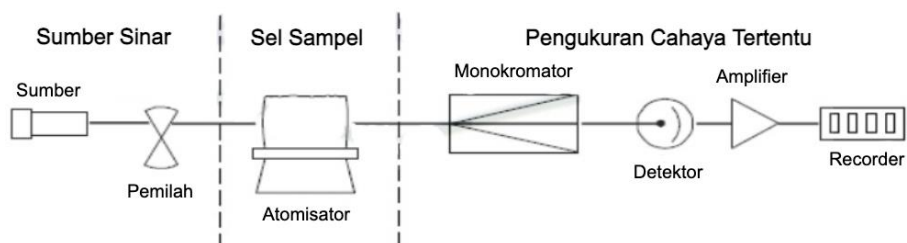
Gambar 1. Instrumentasi *Hydride Vapour Generator* (Cahyady, 2009)

Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). AAS adalah suatu instrumen analisis yang digunakan untuk menentukan unsur-unsur logam dan metaloid berdasarkan penyerapan (absorpsi) energi radiasi oleh atom-atom bebas. Cara kerja spektrofotometer serapan atom berdasarkan penguapan larutan sampel kemudian

logam yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu yang akan memberikan penyerapan pada panjang gelombang maksimum (Purnama et al., 2018).

Proses atomisasi dapat dilakukan dengan beberapa cara yaitu dengan nyala (*flame*), tungku grafit (*graphite furnace*) dan dengan penguapan (*vapor generation*). Atomisasi dengan nyala dilakukan dengan cara membakar analit menggunakan oksidator untuk mencapai suhu yang diinginkan sehingga analit akan teratomisasi. Oksidator yang sering digunakan adalah campuran udara-propana yang dapat mencapai suhu nyala 1800°C, campuran udara-asetilen yang dapat mencapai suhu pembakaran hingga 2300°C, serta campuran N₂O-asetilen yang dapat mencapai suhu pembakaran hingga 3000°C digunakan untuk senyawa yang sulit diuraikan seperti senyawa Ca-fosfat (Hidayat et al., 2008).

Metode spektrofotometri serapan atom memiliki beberapa kelebihan diantaranya kecepatan analisis, ketelitian, umumnya tidak memerlukan pemisahan terlebih dahulu pada logam-logam yang akan ditentukan dan dapat menentukan konsentrasi unsur dalam jumlah yang sangat rendah (Salbiah et al., 2009). Adapun kekurangan metode spektrofotometri serapan atom yaitu membutuhkan lampu khusus untuk setiap unsur yang akan dianalisa, tidak dapat digunakan secara efektif unsur yang menghasilkan oksida bila terkena nyala dan ketika larutan garam-garam logam dibuat dalam larutan berair, adanya anion dalam jumlah yang dominan akan mempengaruhi sinyal yang dihasilkan (Hamzah, 2013).



Gambar 2. Instrumentasi AAS (Suherman, 2011)

Adapun bagian-bagian AAS beserta fungsinya sebagai berikut:

- sumber sinar, sumber sinar yang paling sering digunakan pada AAS adalah lampu katoda cekung (*hollow cathode lamp*). Lampu katoda cekung terdiri dari anoda dan katoda dimana kedua elektroda berada dalam tabung gelas yang diisi dengan gas Neon (Ne) dan Argon (Ar) yang memiliki tekan rendah,
- pemilah, digunakan untuk membedakan radiasi yang berasal dari sumber radiasi dan radiasi yang berasal dari nyala api,
- atomisator/pembakar, untuk mengatomisasi logam-logam sehingga dapat menyerap energi radiasi yang diberikan,

- d. monokromator, berfungsi memisahkan radiasi dari lampu katoda yang telah melalui pembakar dengan radiasi-radiasi lain yang dihasilkan oleh pembakar,
- e. detektor, berfungsi mengubah sinyal radiasi menjadi sinyal listrik,
- f. amplifier, untuk memperkuat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor,
- g. *recorder*, berfungsi mengubah sinyal listrik menjadi tampilan data.

1.3 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini yaitu:

1. berapa nilai parameter kinerja analitik yang meliputi linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi, limit kuantitasi dan ketahanan metode penentuan arsen dalam pupuk NPK menggunakan instrumen *Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer* (HVG-AAS)?
2. bagaimana validitas hasil pengukuran dari metode penentuan arsen dalam pupuk NPK menggunakan instrumen *Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer* (HVG-AAS)?

1.4 Tujuan Penelitian.

Tujuan dari penelitian ini yaitu:

1. menentukan nilai parameter kinerja analitik yang meliputi linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi, limit kuantitasi, dan ketahanan metode penentuan arsen dalam pupuk NPK menggunakan instrumen *Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer* (HVG-AAS).
2. memperoleh validitas hasil pengukuran dari metode penentuan arsen dalam pupuk NPK menggunakan instrumen *Hydride Vapor Generator-Atomic Absorption Spectrophotometer* (HVG-AAS).

1.5 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menambah pengetahuan mengenai penerapan dan bagaimana cara melakukan pengujian terhadap suatu metode sebelum digunakan di laboratorium.

BAB II

METODE

2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu pupuk NPK *fussion*; H₂SO₄ (Merck); HNO₃ (Merck); HClO₄ (Merck); HNO₃ 1 N; KI 20%; HCl (Merck); NaOH (Merck); NaBH (Merck); demin; kertas saring *whattman* No.42; dan akuabides,

2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan *Hydride Vapor Generator*, buret, statif, pipet volume 10 mL, Labu ukur 100 mL, gelas piala, gelas penampung, *hotplate*, *stirrer*, *magnetic stirrer*, pipet ukur, pipet tetes, gegep, *bulb*, labu semprot, spatula, dan neraca analitik.

2.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada 26 Oktober 2023 sampai 2 Januari 2024. Adapun tempat pelaksanaan penelitian yaitu Laboratorium Mutu I, Departemen Laboratorium, PT Pupuk Kalimantan Timur.

2.4 Prosedur Penelitian

2.4.1 Preparasi Sampel

Jenis pupuk NPK yang digunakan pada penelitian ini adalah pupuk NPK *Fussion* yang diambil langsung dari pabrik. Sampel pupuk NPK kemudian dihaluskan menggunakan *blender*.

2.4.2 Pembuatan Standar As (SNI 2803:2012)

Larutan As 100 mg/L. Sebanyak 10 mL larutan induk arsen 1000 mg/L dipipet kedalam labu ukur 100 mL lalu diencerkan menggunakan larutan HNO₃ 1 N hingga tanda batas.

Larutan As 10 mg/L. Sebanyak 10 mL larutan 100 mg/L dipipet kedalam labu ukur 100 mL lalu diencerkan menggunakan larutan HNO₃ 1 N hingga tanda batas.

Larutan As 1 mg/L. Sebanyak 10 mL larutan 10 mg/L dipipet kedalam labu ukur 100 mL lalu diencerkan menggunakan larutan HNO₃ 1 N hingga tanda batas.

Larutan HCl 5 M dan NaBH₄ 0,4 % (SNI 6989:2018). Untuk membuat larutan NaBH₄ 0,4 % ditimbang 1 g NaOH dan 1,25 g natrium borohidrida, kemudian dimasukkan kedalam gelas piala 250 mL lalu ditambahkan demin hingga tanda batas lalu dihomogenkan. Sementara untuk membuat HCl 5 M, sebanyak 104 mL HCl 37 % dimasukkan kedalam gelas piala 250 mL lalu ditambahkan demin hingga tanda batas selanjutnya dihomogenkan.

2.4.3 Kinerja Analitik (SNI 2803:2012)

Uji Linearitas. Larutan arsen 1 mg/L dipipet sebanyak 2 mL; 4 mL; 6 mL; 8 mL; dan 10 mL lalu dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, selanjutnya ditambahkan 0,4 mL larutan KI 20% lalu diencerkan dengan HNO₃ 1 N hingga tanda batas kemudian dihomogenkan. Absorbansi deret standar kemudian diukur dengan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan HVG pada panjang gelombang 193,7 nm. Linearitas metode dihitung menggunakan persamaan berikut (Kartika, 2021) .

$$y = bx + a \quad (1)$$

dimana, b adalah *slope* dan a adalah *intersept*

Uji Akurasi. *Standar reference material* (SRM) ditimbang sebanyak 0,025 g ke dalam gelas piala, kemudian dibasahi sedikit dengan demin. Selanjutnya, ditambahkan 2 mL H₂SO₄, 5 mL HNO₃, dan 20 mL HClO₄. Larutan kemudian dipanaskan diatas *hotplate* dengan suhu ± 350°C hingga hampir kering dan timbul uap putih HClO₄ lalu didinginkan. Setelah dingin, larutan kemudian dilarutkan dengan demin dan ditambahkan 0,4 mL KI 20%. Larutan dipindahkan kedalam labu ukur 100 mL dan dihipitkan dengan demin hingga tanda batas. Selanjutnya, larutan disaring dengan kertas *Whattman* No. 42 ke dalam gelas penampung. Larutan kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan HVG pada panjang gelombang 193,7 nm. Akurasi metode pada penelitian ini dinyatakan dalam % trueness yang dapat dihitung menggunakan persamaan berikut (Kartika, 2021) :

$$\% \text{ Trueness} = \frac{\bar{x}}{\mu} \times 100\% \quad (2)$$

dimana: \bar{x} adalah rata-rata hasil pengulangan pengujian (mg/L) dan μ : nilai benar atau nilai acuan (mg/L).

Uji Presisi. Sampel pupuk NPK yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 1 g kedalam gelas piala, kemudian dibasahi sedikit dengan demin. Selanjutnya, ditambahkan 2 mL H₂SO₄, 5 mL HNO₃, dan 20 mL HClO₄. Larutan kemudian dipanaskan diatas *hotplate* dengan suhu ±350°C hingga hampir kering dan timbul uap putih HClO₄ lalu didinginkan. Setelah dingin, dilarutkan dengan demin dan ditambahkan 0,4 mL KI 20%. Larutan kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dihipitkan dengan demin hingga tanda batas. Selanjutnya, larutan disaring dengan kertas *Whattman* No. 42 ke dalam gelas penampung. Absorbansi larutan kemudian diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan HVG pada panjang gelombang 193,7 nm. Kadar arsen dalam sampel ditentukan dengan menggunakan rumus persamaan berikut (SNI 2803:2012):

$$\text{Kadar As} = \frac{C \times V}{W \times 10^{-3}} \quad (3)$$

dimana: C adalah mg/kg arsen hasil plotting dari kurva kalibrasi, V adalah Volume Akhir labu (mL), dan W = bobot sampel (g)

Presisi dapat ditentukan dengan menghitung % *coefisient variation* (%CV) menggunakan persamaan (Hayon et al., 2021)

$$SD = \sqrt{\frac{(\sum(xi-xrata-rata)^2)}{(n-1)}} \quad (4)$$

$$\%CV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (5)$$

dimana: SD adalah standar deviasi, xi adalah nilai konsentrasi hasil yang diperoleh, dan n adalah jumlah pengulangan

Apabila %CV yang diperoleh > 2%, maka presisi dapat dihitung dengan menggunakan perhitungan CV *Horwitz (Coefficient Variance Horwitz)* dengan persamaan berikut (Hayon et al., 2021):

$$\%CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C} \quad (6)$$

dimana: C adalah rata-rata konsentrasi larutan standar dikali 10^{-6} .

Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi. HNO₃ 1 N dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL hingga tanda batas kemudian absorbansi larutan blanko diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan HVG pada panjang gelombang 193,7 nm. Selanjutnya dibuat larutan As 9 µg/L dengan cara memipet As 1 mg/L sebanyak 0,9 mL ke dalam labu ukur 100 mL kemudian dihipitkan dengan HNO₃ 1 N hingga tanda batas dan dihomogenkan. Absorbansi larutan diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan HVG pada panjang gelombang 193,7 nm Nilai LOD dan LOQ ditentukan menggunakan persamaan berikut (Basir, 2019):

$$LOD = \frac{(\text{Rata-rata absorbansi blanko} + (3 \times SD))}{A} \times C \quad (7)$$

$$LOQ = \frac{(\text{Rata-rata absorbansi blanko} + (10 \times SD))}{A} \times C \quad (8)$$

dimana: SD adalah standar deviasi, A adalah absorbansi konsentrasi terkecil yang pernah diukur dan C adalah konsentrasi terkecil yang pernah diukur.

Uji Ketahanan (Robustness). Sampel pupuk NPK yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 1 g ke dalam gelas piala, kemudian dibasahi sedikit dengan demin. Selanjutnya, ditambahkan 1 mL H₂SO₄; 5 mL HNO₃; dan 20 mL HClO₄. Larutan kemudian dipanaskan diatas *hotplate* dengan suhu ±350°C hingga hampir kering dan timbul uap putih HClO₄ lalu didinginkan. Setelah dingin, dilarutkan dengan demin dan ditambahkan 0,4 mL KI 20%. Larutan kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 100

mL dan dihipitkan dengan demin hingga tanda batas. Selanjutnya, larutan disaring dengan kertas *Whatman* No. 42 ke dalam gelas penampung. Absorbansi larutan diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan HVG pada panjang gelombang 193,7 nm. Ketahanan metode ditentukan dengan melakukan uji statistik yaitu uji T dan uji F.