

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia sebagai negara kepulauan terbesar di dunia memiliki wilayah pesisir yang sangat luas (Nadhilah, 2022). Menurut data Statistik Lingkungan Hidup Indonesia, jumlah pulau di Indonesia sebanyak 17.504 pulau dengan garis pantainya sepanjang 99.093 km, menjadikannya salah satu negara dengan garis pantai terpanjang di dunia. Kondisi geografis ini memberikan peluang strategis bagi Indonesia untuk mengembangkan sektor kelautan dan pesisir, baik dalam bidang perikanan, pariwisata bahari, dan transportasi laut (Jamika et al., 2023). Wilayah pesisir menyimpan kekayaan sumber daya alam yang berpotensi bagi perekonomian nasional dan tumpuan kehidupan jutaan masyarakat yang bermukim di wilayah pesisir (Maulindayanaa, 2023). Beberapa dekade terakhir, kondisi wilayah pesisir menghadapi berbagai ancaman serius yang mengakibatkan perubahan signifikan pada aspek sosial, ekonomi, dan lingkungan. Wilayah pesisir menunjukkan pola struktural populasi dan dinamika perkembangan khas yang dipengaruhi oleh berbagai faktor, terutama tren pertumbuhan penduduk global dan proses urbanisasi yang semakin intensif (Reimann et al., 2023). Eksploitasi berlebihan terhadap sumber daya alam, pencemaran lingkungan, degradasi ekosistem, abrasi pantai, dan dampak perubahan iklim yang tidak disertai dengan upaya pelestarian dan pengelolaan yang berkelanjutan menyebabkan tekanan serius terhadap lingkungan pesisir dan mengakibatkan terjadinya penurunan kualitas lingkungan pesisir secara signifikan. Kondisi ini diperparah dengan meningkatnya aktivitas pembangunan yang tidak memperhatikan daya dukung lingkungan (Duarte et al., 2019).

Pesatnya perkembangan pembangunan dalam berbagai sektor terutama dalam industri tidak hanya membawa dampak positif tetapi juga menimbulkan dampak negatif. Salah satu dampak negatif yang muncul adalah peningkatan kandungan logam berat dalam air sungai. Hal ini disebabkan oleh sampah masyarakat sekitar dan limbah industri. Peningkatan jumlah industri diikuti oleh penambahan jumlah dan jenis limbah baik berupa limbah padat cair maupun gas. Limbah tersebut dapat mengandung bahan kimia beracun dan berbahaya (B3) seperti logam berat (Aziz et al., 2023). Peningkatan pembuangan limbah cair yang tidak melalui proses pengolahan atau diolah secara tidak memadai, kini menjadi ancaman besar terhadap ekosistem sungai. Limbah ini umumnya mengandung



logam berat yang bersifat persisten, mudah terakumulasi dalam organisme tingkat toksisitas tinggi (Huang et al., 2020; Yeh et al., 2020). Limbah tersebut dapat berasal dari berbagai sumber, baik alami maupun dari manusia dan industri. Logam berat sangat berbahaya karena terakumulasi secara alami dan cenderung terakumulasi dalam air dan sedimen. Logam berat yang ada di perairan akan turun dan menyebabkan sedimentasi. Hal ini yang menyebabkan kandungan

logam berat pada sedimen cenderung tinggi karena mengendap dalam jangka waktu tertentu dan akan terakumulasi di dasar perairan (Zhang et al., 2023).

Salah satu perairan yang berpotensi tercemar logam berat yaitu perairan Biringkassi (Awaluddin et al., 2020). Potensi pencemaran logam di perairan Biringkassi dihasilkan dari aktivitas pelabuhan PT Semen Tonasa yang melayani aktivitas bongkar muat kapal pengangkut batu bara. Potensi logam pencemar juga berasal dari buangan limbah cair Pembangkit Listrik Tenaga Uap dan aktivitas pelabuhan (Yolanda, 2022). Salah satu kandungan logam berat yang termasuk ke dalam pencemaran perairan adalah besi. Logam besi bersifat karsinogenik dan dapat menjadi racun apabila jumlahnya melebihi ambang batas (Okazaki dan Hino, 2023). Pramastuti et al., (2024) mengemukakan bahwa batas aman kandungan logam besi pada tubuh organisme termasuk manusia tidak lebih dari 1 mg/kg. Pemantauan logam berat di perairan penting untuk deteksi dini, pengendalian berkelanjutan, serta perencanaan mitigasi jangka panjang terhadap dampak lingkungan dan risiko kesehatan (Abd-Elaty et al., 2019; Aitta et al., 2019).

Berdasarkan hal tersebut, maka kadar besi dalam sedimen di perairan Biringkassi perlu diukur. Salah satu metode yang dapat digunakan untuk menganalisis logam secara kuantitatif adalah FAAS. Pemilihan metode FAAS merupakan metode yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah (Farahani et al., 2023). Dalam melakukan pengujian parameter uji, laboratorium harus memiliki mutu yang berkualitas. Sistem manajemen mutu memungkinkan laboratorium memiliki kemampuan dan kepercayaan yang baik serta hasil pengujian dapat dipertanggungjawabkan (Widyarsana dan Suhardiyani, 2025). Laboratorium harus melakukan validasi metode, seperti validasi metode terbatas atau dikenal dengan verifikasi metode terhadap metode uji yang dipakai dalam laboratorium. Hal ini bertujuan untuk memastikan bahwa laboratorium yang bersangkutan memiliki kemampuan untuk melakukan pengujian dengan hasil yang valid dan sesuai dengan penggunaannya. Penerapan metode standar berperan krusial dalam menjamin validitas dan presisi hasil pengukuran di laboratorium. Akreditasi terhadap standar merupakan bentuk pengendalian mutu yang memastikan laboratorium beroperasi sesuai prinsip-prinsip profesional yang diakui secara global dan memenuhi persyaratan kompetensi yang ketat (Krismastusi, 2022). Validitas metode analisis logam Fe dapat dilakukan dengan beberapa parameter, yaitu linearitas, akurasi (ketepatan), presisi, *limit of detection* (LOD) dan *limit of quantification* (LOQ) (Kumar et al., 2023).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Suki (2023) mengenai uji validitas analisis besi pada sedimen dalam DORM 4 dengan metode *Flame Atomic Absorption*



menunjukkan bahwa kadar besi yang diperoleh sebesar 825,6 mg/kg. Setelah dilakukan uji *recovery* dengan menggunakan 14%, uji presisi yang dinyatakan dengan %RSD dengan diperoleh 1,74%, linieritas yaitu 0,9999 dengan LOD dan LOQ mg/L dan 0,041 mg/L, yang telah memenuhi syarat penelitian oleh Li et al., (2021) menjelaskan bahwa metode FAAS efektif andal dan akurat untuk analisis kandungan besi dalam

sampel sedimen lingkungan. Metode yang digunakan memenuhi semua parameter validasi seperti linearitas, presisi, akurasi, limit deteksi, dan limit kuantitasi sehingga layak diterapkan dalam pengawasan kualitas lingkungan. Kumar et al., (2023) dalam penelitiannya menyimpulkan bahwa validasi metode *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS) untuk penentuan kadar besi dalam sampel sedimen sangat dapat diandalkan. Metode yang digunakan menunjukkan linearitas, presisi, dan akurasi yang sangat baik, dengan batas deteksi (LOD) dan kuantifikasi (LOQ) yang dapat diterima. Berbagai penelitian terkait kinerja analitik dalam pengukuran kadar besi menggunakan metode FAAS telah dilakukan di sejumlah wilayah. Namun, hingga saat ini, belum ada studi yang mengkaji hal tersebut di perairan Biringkassi. Oleh karena itu, untuk mengetahui kadar besi pada sedimen di perairan Biringkassi dan mengetahui kinerja instrumen, maka kinerja analitik dilakukan untuk memastikan bahwa metode analisis yang digunakan dapat memberikan hasil yang valid, dapat dipercaya, serta dapat dipertanggungjawabkan. Adapun parameter kinerja analitik yang dilakukan pada penelitian ini adalah linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi, limit kuantisasi, ketahanan metode dan estimasi ketidakpastian pengukuran.

1.2 Teori

1.2.1 Destruksi Sedimen

Sedimen adalah tanah atau bagian-bagian tanah yang terangkut oleh air dari suatu tempat yang mengalami erosi pada suatu daerah aliran sungai dan masuk ke dalam suatu badan air. Aliran air akan membawa sedimen yang dihasilkan oleh proses erosi ke tempat yang kecepatan alirannya melambat atau terhenti. Peristiwa ini dikenal dengan sedimentasi (Klemme et al., 2024). Sedimen umumnya mengendap di bagian bawah kaki bukit, di daerah genangan banjir, di saluran air, sungai, dan waduk. Partikel-partikel kasar yang bergerak sepanjang dasar sungai secara keseluruhan adalah muatan sedimen dasar. Gerakan partikel tersebut tidak pernah lepas dari dasar sungai meskipun dapat bergeser, menggelinding, bahkan meloncat-loncat dan dapat sampai pada jarak tertentu yang ditandai dengan bercampurnya butiran-butiran partikel tersebut yang bergerak ke arah hilir (Zhou et al., 2023).

Salah satu cara untuk mengukur kadar logam berat pada sedimen adalah dengan cara destruksi. Destruksi merupakan tahapan preparasi yang bertujuan untuk menghilangkan efek matriks pada sampel. Proses destruksi harus menggunakan zat pengoksidasi yang cocok untuk logam yang akan dianalisis. Metode destruksi asam dapat digunakan untuk mendestruksi sedimen. Destruksi asam yaitu proses



destruksi contoh uji dengan menggunakan asam kuat. Larutan kemudian diukur konsentrasinya menggunakan FAAS. Pada proses destruksi digunakan sebagai reagen dalam proses destruksi antara lain HF , HClO_4 , dan H_2O_2 . Tujuan destruksi adalah untuk mengoksidasi logam yang tercampur sempurna dengan analit, dekomposisi matriks, dan menghindari hilangnya atau terjadinya kontaminasi logam (Kumar et al., 2020).

1.2.2 Besi (Fe)

Besi dalam keadaan murni adalah berbentuk logam yang berwarna putih keabu-abuan, mengkilat, keras dan dapat dibentuk dengan mudah. Keberadaan besi sangat melimpah di alam, namun pada daerah tertentu ketersediaan besi sangat rendah. Hal ini terjadi karena besi bersenyawa dengan unsur lain membentuk material sukar larut dalam air. Beberapa karakteristik besi, yaitu (Molnár et al., 2023):

Simbol kimia	: Fe
Nomor atom	: 26
Massa atom relatif	: 56 g/mol
Titik lebur	: 1535°C
Titik didih	: 3000°C
Kerapatan	: 7,87 g/cm ³

Besi dalam air berbentuk ion bervalensi dua (Fe^{2+}) dan bervalensi tiga (Fe^{3+}). Besi dalam bentuk ikatan dapat berupa Fe_2O_3 , $\text{Fe}(\text{OH})_2$, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ atau FeSO_4 tergantung dari unsur lain yang mengikatnya. Besi dalam air dapat bersumber dari dalam tanah sendiri, larutnya logam besi, cemaran dari besi atau endapan buangan industri. Buangan industri yang mengandung persenyawaan logam besi bersifat toksik terhadap tumbuhan, hewan, bahkan manusia. Hal ini berkaitan dengan sifat logam berat yang sulit didegradasi sehingga mudah terakumulasi dalam lingkungan perairan dan keberadaannya secara alami sulit dihilangkan. Logam berat juga dapat terakumulasi dalam biota perairan termasuk kerang, ikan dan sedimen, serta di dalam tubuh organisme (Zhu et al., 2024). Pada umumnya zat besi yang ada di dalam air dapat bersifat terlarut. Tinggi rendahnya kandungan besi sangat dipengaruhi oleh kondisi struktur tanah. Logam besi dapat menimbulkan efek racun karena bersifat karsinogenik apabila jumlahnya melebihi ambang batas (Okazaki dan Hino, 2023). Logam berat besi juga dapat mengakibatkan gangguan kerja enzim, keracunan, bahkan kematian (Abubakar et al., 2024).

1.2.3 Kinerja Analitik

Kinerja analitik merupakan tindakan yang dilakukan sebelum digunakan di laboratorium untuk menentukan kelayakan suatu metode baik yang sudah baku maupun yang dikembangkan. Kinerja analitik terbagi menjadi dua bagian yaitu validasi metode dan verifikasi metode. Validasi metode adalah tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan yang dilakukan dalam laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut telah memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita dan Harmono, 2020). Sementara itu, verifikasi metode adalah konfirmasi ulang suatu metode dengan melengkapi bukti



ji kinerja metode standar. Tujuan verifikasi metode yaitu untuk laboratorium memiliki kemampuan dalam melakukan pengujian valid serta membuktikan bahwa laboratorium memiliki data (2020).

um harus melakukan validasi ulang atau memverifikasi bahwa metode tersebut bekerja benar dalam lingkungan ang menggunakan metode standar yang telah dipublikasikan

dan telah divalidasi oleh lembaga atau organisasi nasional maupun internasional harus melakukan validasi metode ulang meskipun hanya mencakup aspek tertentu. Hal ini dilakukan agar laboratorium memiliki data validasi yang dapat menjadi bukti objektif yang berlaku di dalam laboratorium dan sesuai dengan kebutuhannya (Kamilla et al., 2020). Laboratorium yang telah terakreditasi harus memilih metode yang sesuai, sudah dipublikasi dalam standar internasional, regional maupun nasional, atau organisasi teknis yang mempunyai reputasi dari teks jurnal ilmiah yang relevan. Laboratorium harus memastikan dapat menggunakan metode standar dengan baik sebelum melakukan pengujian dengan memverifikasi metode standar tersebut.

Verifikasi metode melibatkan lebih sedikit parameter percobaan jika dibandingkan dengan validasi metode. Verifikasi metode dilakukan ketika metode analisis yang digunakan berasal dari metode baku seperti Farmakope Indonesia (FI), *British Pharmacopeia* (BP), dan *United States Pharmacopeia* (USP). Pada dasarnya, verifikasi metode sama dengan validasi metode, akan tetapi parameter uji validasi metode lebih kompleks dibandingkan verifikasi (Kamilla et al., 2020). Parameter yang wajib dilakukan dalam verifikasi metode adalah presisi dan akurasi. Parameter lain yang dapat diuji diantaranya adalah linearitas, *limit of detection* (LOD), *limit of quantification* (LOQ), ketahanan metode, selektivitas, dan estimasi ketidakpastian pengukuran (Harmita dan Harmono, 2020).

Linearitas adalah uji yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan metode analisis dalam memberikan respons linear atau proporsional terhadap konsentrasi analit sampel. Hasil respons dari setiap konsentrasi diplotkan dalam kurva kalibrasi. Sumbu x adalah konsentrasi standar dan sumbu y adalah respons dari instrumen pengujian. Penentuan nilai koefisien korelasi (r) dilakukan setelah terbentuk kurva. Nilai koefisien korelasi yang mendekati angka satu menunjukkan bahwa metode memiliki linearitas yang baik (Rohmah et al., 2021).

Akurasi adalah parameter penting yang harus dipenuhi oleh suatu metode analisis. Akurasi adalah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan metode analisis dalam menghasilkan nilai perolehan kembali yang baik. Nilai perolehan kembali menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Salah satu metode dalam penentuan akurasi yang dapat digunakan yaitu metode penambahan standar (Teja et al., 2023). Metode penambahan standar dilakukan dengan menambahkan sejumlah larutan standar ke dalam sampel. Nilai perolehan kembali dapat dihitung dari selisih konsentrasi sampel setelah ditambahkan standar dan sebelum ditambahkan larutan standar, kemudian dibandingkan dengan kadar sebenarnya.



suatu metode analisis menunjukkan kedekatan hasil berbagai diperoleh dari pengujian berulang pada suatu kondisi (Chavan et al., 2022). Hal ini dapat digunakan untuk mencerminkan apa yang terjadi dalam suatu metode. Presisi suatu metode dapat diukur dengan melihat hasil pengukuran sampel yang dilakukan dengan beberapa peralatan sampel. Apabila semakin tinggi tingkat presisi suatu metode, semakin rendah nilai RSD (Chavan et al., 2022). Presisi

Limit of detection (LOD) adalah konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi saat pengukuran. *Limit of quantitation* (LOQ) adalah konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang memenuhi kriteria presisi dan akurasi (Sammartano et al., 2023). Nilai limit deteksi dan limit kuantitasi dapat diukur berdasarkan evaluasi visual, *signal to noise*, standar deviasi respons dan nilai *slope* (Machida et al., 2022). Ketangguhan metode (*robustness*) adalah derajat ketertiruan hasil uji yang diperoleh dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji normal, seperti laboratorium, analisis, instrumen, bahan pereaksi, suhu, dan hari yang berbeda. *Robustness* bertujuan untuk mempertahankan hasil analisis dengan adanya perubahan kecil pada kondisi pengujian. *Robustness* dilakukan dengan membandingkan hasil pengujian pada keadaan normal dan pada saat adanya perubahan kecil baik pada pH, komponen fase gerak, suhu, waktu pemanasan, volume pereaksi, ataupun faktor lainnya. Ketangguhan dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh perbedaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji (Prajapati et al., 2023).

Endrianti et al., (2023) mengemukakan bahwa laboratorium wajib mempunyai dan menerapkan prosedur untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran. Estimasi ketidakpastian tersebut harus wajar (*reasonable*) dan didasarkan pada pengetahuan atas unjuk kerja metode dan harus menggunakan data-data yang diperoleh dari pengalaman sebelumnya serta data validasi metode. Laboratorium harus mengidentifikasi kontribusi terhadap ketidakpastian pengukuran. Semua kontribusi yang signifikan, termasuk yang timbul dari pengambilan sampel, harus diperhitungkan dengan menggunakan analisis yang tepat ketika melakukan evaluasi ketidakpastian pengukuran. Apabila metode uji tidak memungkinkan evaluasi ketidakpastian pengukuran yang ketat, estimasi harus dilakukan berdasarkan pemahaman prinsip-prinsip teoritis atau pengalaman praktis dari kinerja

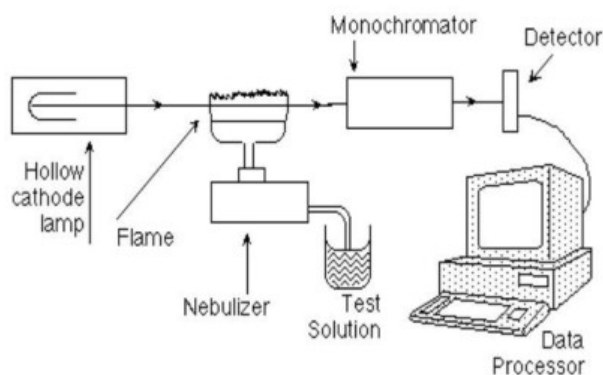
ian adalah parameter yang berhubungan dengan hasil suatu uji yang memberikan gambaran penyebaran dari nilai pengujian (Sugeng et al., 2024). Lee et al., (2022) mengemukakan bahwa pengukuran merupakan parameter yang menetapkan rentang nilai yang diperkirakan nilai benar yang diukur berada. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan nilai ukur, yaitu nilai suatu besaran tertentu yang diukur (Sugeng et al., 2024).



1.2.4 Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS)

Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS) adalah alat yang digunakan untuk menentukan unsur-unsur logam dan metaloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Sugito, 2022). *Flame Atomic Absorption Spectrometry* didasarkan pada interaksi antara radiasi elektromagnetik dan sampel. Pengoperasian FAAS didasarkan pada penguapan larutan pada sampel sehingga mengubah logam yang terkandung menjadi atom bebas. Atom menyerap radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan oleh lampu katoda yang mengandung unsur yang akan diukur. Jumlah radiasi yang diserap diukur pada panjang gelombang tertentu tergantung pada jenis logamnya (Patiung et al., 2022).

FAAS mencakup absorpsi sinar oleh atom-atom netral dari unsur logam yang masih berada dalam keadaan dasar. FAAS memiliki prinsip yang hampir sama dengan absorpsi sinar oleh molekul atau ion senyawa dalam larutan (Sugito, 2022). Hukum absorpsi sinar atau Hukum Lambert Beer juga berlaku pada FAAS. Hukum Lambert Beer menyatakan bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi (Farahani et al., 2023). Hukum Lambert Beer menyatakan bahwa absorbansi suatu larutan berbanding lurus dengan konsentrasi zat terlarut dan panjang lintasan cahaya yang melewati larutan.



Gambar 1. Skema umum komponen pada alat FAAS (Nasir, 2019)

FAAS bekerja berdasarkan penguapan larutan sampel setelah logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. *Nebulizer* menyedot larutan unsur pertama yang berfungsi untuk mengubah larutan aerosol yang merupakan partikel halus yang tersebar di udara. Larutan tersebut kemudian membentuk kabut (tetesan yang sangat halus dalam fasa gas atau *chamber*) yang berfungsi untuk membuat campuran homogen bahan bakar aerosol. Adanya penambahan gas akan membuat terjadi tepak sebelum dimasukkan ke dalam pembakar. Atom menyerap radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu



katoda. Jumlah penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan jenis logamnya (Sugito, 2022).

FAAS memiliki instrumen yang sama dengan jenis spektrofotometri lainnya. Akan tetapi, FAAS memiliki ciri khas dalam instrumentasinya, yaitu *atomizer*. *Atomizer* ini akan menyerap panjang gelombang yang berbanding lurus dengan hukum Lambert.

1. **Sumber Cahaya.** Sumber radiasi atau cahaya yang paling sering digunakan dalam FAAS adalah *Hollow Cathode Lamp* (HCL). HCL merupakan lampu yang terdiri dari katode berongga yang dilapisi oleh unsur-unsur, baik unsur murni maupun unsur campuran dan wolfram (Nasir, 2019). Pada HCL, sumber sinar dialiri tegangan listrik dengan arus tertentu, yang mengakibatkan terjadinya proses penguapan atom logam yang terdapat pada katoda. Akibat dari aliran arus ini, atom-atom logam mengalami proses eksitasi, yaitu berpindah ke tingkat energi yang lebih tinggi. Ketika atom tersebut kembali ke tingkat energi dasar, mereka memancarkan radiasi elektromagnetik dengan panjang gelombang tertentu yang bersifat karakteristik untuk setiap unsur logam (Adwiwartika, 2020).
2. **Atomizer.** *Atomizer* berperan dalam atomisasi atau pembentukan atom. *Atomizer* dalam FAAS dibagi menjadi pembakar atau *burner* dan *nebulizer* atau *fogger*.
 - a) *Burner*, berperan untuk mengubah uap garam dari komponen senyawa yang kemudian dianalisis menjadi atom normal dalam nyala api
 - b) *Nebulizer*, pada *nebulizer* terjadi penarikan larutan dari kapiler melalui penghisapan gas oksidan dan bahan bakar yang kemudian akan disemprotkan ke dalam ruang *fogging*. Hal ini menyebabkan larutan berubah menjadi butiran kabut yang akan masuk ke dalam nyala api
3. **Monokromator.** Monokromator berperan untuk memisahkan radiasi yang dipancarkan menjadi unsur-unsur yang lebih spesifik daripada radiasi lainnya yang selanjutnya akan diukur oleh detektor. Radiasi ini dilepaskan oleh lampu katoda berongga (HCL) yang selanjutnya dipantau secara monokromatik sehingga lebar pita radiasi dapat diperkecil. Gangguan radiasi yang muncul juga akan berkurang, mulai dari nyala api ke komponen lainnya (Yu, 2021).
4. **Detektor.** Radiasi yang dipancarkan oleh sampel akan diukur oleh detektor dalam bentuk energi listrik. Radiasi yang diterima detektor dapat berasal dari hasil pemilihan garis resonansi dan pancaran nyala api (Farahani et al., 2023).
5. **Amplifier.** *Amplifier* berperan dalam memperkuat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor setelah mendeteksi cahaya yang diserap oleh unsur dalam sampel dan mengurangi *noise* atau gangguan agar hasil analisis lebih akurat.
6. **Recorder.** *Recorder* berfungsi menerima sinyal yang telah diperkuat dari detektornya dalam bentuk grafik atau data digital.



metode yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi (Farahani et al., 2023). FAAS memiliki sensitivitas yang tinggi, sederhana, dan mudah digunakan. Analisis menggunakan FAAS juga spesifik untuk unsur tertentu dan dapat digunakan untuk mengukur kadar unsur yang terdapat dalam sampel kecil tanpa perlu dipisahkan terlebih dahulu.

1.3 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dari penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. berapa nilai parameter kinerja analitik yang meliputi linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi, limit kuantisasi, ketahanan metode, dan estimasi ketidakpastian pengukuran dalam pengukuran kadar besi (Fe) pada sedimen dengan metode *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS)?
2. bagaimana validitas hasil dari pengukuran kadar besi (Fe) pada sedimen dengan metode *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS)?

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini yaitu sebagai berikut:

1. menentukan nilai parameter kinerja analitik yang meliputi linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi, limit kuantisasi, ketahanan metode, dan estimasi ketidakpastian pengukuran dalam pengukuran kadar besi (Fe) pada sedimen dengan metode *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS).
2. memperoleh validitas hasil dari pengukuran kadar besi (Fe) pada sedimen dengan metode *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS).

1.5 Manfaat Penelitian

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



BAB II METODE PENELITIAN

2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sedimen, larutan standar Fe, (Merck), HCl (Merck), HNO_3 (Merck), H_2O_2 30% (Merck), kertas saring *Whatman* no. 41, dan akuabides.

2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS) SpectrAA 220FS, *hand core sediment sampler*, *coolbox*, konikel 300 mL, gelas piala, labu ukur 50 mL, labu ukur 100 mL, pipet volume 10 mL, pipet skala 10 mL, mikropipet 1000 μL , neraca analitik, *hotplate*, cawan petri, corong, *bulb*, labu semprot, dan plastik *ziplock*.

2.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember 2024 hingga Februari 2025 di Laboratorium Kimia dan Lingkungan Hidup PT SUCOFINDO Cabang Makassar. Lokasi pengambilan sampel yaitu di perairan Biringkassi, Kabupaten Pangkajene dan Kepulauan.

2.4 Prosedur Penelitian

2.4.1 Pengambilan Contoh Uji (Jamaluddin et al., 2021)

Sampel sedimen diambil menggunakan *hand core sampler*. *Coring* dilakukan dengan menancapkan ke dalam tanah secara vertikal di lokasi hingga kedalaman mencapai pangkal *corer*. *Corer* diputar dan ditarik perlahan dari dalam tanah dan terus diputar agar sedimen yang diambil tetap utuh. Sampel yang telah diambil dimasukkan ke dalam plastik *ziplock* dan disimpan dalam *coolbox*.

2.4.2 Preparasi Sampel (SNI 8910: 2021)

Sampel sedimen yang telah diambil dikeringkan di oven pada suhu 105°C , kemudian digerus hingga halus menggunakan mortar.

2.4.3 Pembuatan Larutan Standar Besi (Fe)

Larutan $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 100 mg/L. Sebanyak 10 mL larutan induk $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 1000 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 100 mL lalu diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas.



0 mg/L. Sebanyak 10 mL larutan induk $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 100 mg/L
ukur 100 mL lalu diencerkan dengan akuabides hingga tanda

k (SNI 8910: 2021)

in $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 10 mg/L dipipet berturut-turut sebanyak 0,5 mL; 1,5
5 mL; dan 15 mL lalu dimasukkan ke dalam masing-masing

labu ukur 50 mL. Larutan tersebut ditambahkan 5 mL HNO_3 pekat lalu diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan. Absorbansi deret standar kemudian diukur dengan FAAS pada panjang gelombang 248,3 nm. Linieritas dapat dinyatakan dalam persamaan garis lurus dan koefisien korelasi (Suryani et al., 2022):

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

di mana, b adalah *slope* dan a adalah *intercept*.

Uji Akurasi. Sampel yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 1 g lalu ditambahkan HNO_3 1:1 sebanyak 10 mL. Setelah itu, dipanaskan dengan *hotplate* pada suhu 95°C selama 15 menit. Selanjutnya, ditambahkan 5 mL HNO_3 pekat lalu dipanaskan kembali pada suhu 95°C selama 30 menit. Penambahan HNO_3 pekat dan proses pemanasan diulangi hingga larutan jernih atau asap berwarna coklat hilang. Larutan sampel dibiarkan menguap hingga mencapai volume 5 mL. Selanjutnya, ditambahkan 2 mL akuabides dan 3 mL H_2O_2 30% yang dilanjutkan dengan pemanasan kembali hingga volume larutan mencapai 5 mL. Selanjutnya, ditambahkan 10 mL HCl pekat dan dipanaskan hingga volume larutan sampel mencapai 5 mL. Larutan didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No.41. Filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dihimpitkan dengan akuabides. Selanjutnya, larutan Fe 0,7 mg/L dipipet 1 mL ke dalam labu ukur 100 mL dan dihimpitkan dengan larutan sampel yang telah dibuat sebelumnya dan dihomogenkan. Absorbansi larutan diukur menggunakan FAAS pada panjang gelombang 248,3 nm yang dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan. Akurasi metode dihitung dengan uji perolehan kembali dengan menggunakan persamaan (Handayani, 2020):

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{CF}-\text{CA}}{\text{C}'\text{A}} \times 100\% \quad (2)$$

di mana, CF adalah konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran (mg/L), CA adalah konsentrasi sampel yang sebenarnya (mg/L), dan C'A adalah konsentrasi analit yang ditambahkan (mg/L).

Uji Presisi. Sampel yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 1 g lalu ditambahkan HNO_3 1:1 sebanyak 10 mL. Setelah itu, dipanaskan dengan *hotplate* pada suhu 95°C selama 15 menit. Selanjutnya, ditambahkan 5 mL HNO_3 pekat lalu dipanaskan



95°C selama 30 menit. Penambahan HNO_3 pekat dan proses hingga larutan jernih atau asap berwarna coklat hilang. Larutan menguap hingga mencapai volume 5 mL. Selanjutnya, akuabides dan 3 mL H_2O_2 30% yang dilanjutkan dengan hingga volume larutan mencapai 5 mL. Selanjutnya, HCl pekat dan dipanaskan hingga volume larutan sampel larutan didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring

Whatman No.41. Filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dihipitkan dengan akuabides. Absorbansi larutan diukur menggunakan FAAS pada panjang gelombang 248,3 nm. Pengujian sampel dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan. Kadar Fe dalam sampel ditentukan dengan menggunakan rumus persamaan berikut (SNI 8910:2021):

$$\text{Kadar logam Fe (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \times fp \quad (3)$$

di mana, C adalah konsentrasi sampel yang didapatkan dari FAAS (mg/L), V adalah volume akhir setelah proses destruksi (mL), W adalah berat sampel (g), dan fp adalah faktor pengenceran.

Presisi ditentukan dengan menghitung standar deviasi dan persentase koefisien variasi menggunakan persamaan (Zain et al., 2024):

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

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

di mana, SD adalah standar deviasi, xi adalah nilai konsentrasi hasil yang diperoleh, dan n adalah jumlah pengulangan.

Presisi dihitung dengan menggunakan persamaan CV Horwitz apabila %CV yang diperoleh > 2% dengan persamaan berikut:

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

di mana, C adalah rata-rata konsentrasi larutan standar dikali 10^{-6} .

Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi. Akuabides dipipet masing-masing ke dalam tujuh buah labu ukur 50 mL. Setiap larutan yang telah dipipet kemudian dihomogenkan dengan untuk memastikan distribusi zat terlarut yang merata. Absorbansi larutan diukur menggunakan FAAS pada panjang gelombang 248,3 nm. Penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi dapat ditentukan menggunakan et al., 2022):



$$LOD = \frac{3 \times S \left(\frac{Y}{X} \right)}{b} \quad (7)$$

$$LOQ = \frac{10 \times S \left(\frac{Y}{X} \right)}{b} \quad (8)$$

di mana, $S\left(\frac{y}{x}\right)$ adalah simpangan baku, b adalah *slope*.

Uji Ketahanan Metode (*Robustness*). Sampel yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 1 g lalu ditambahkan HNO_3 1:1 sebanyak 5 mL. Setelah itu, dipanaskan dengan *hotplate* pada suhu 95°C selama 15 menit. Selanjutnya, ditambahkan 5 mL HNO_3 pekat lalu dipanaskan kembali pada suhu 95°C selama 30 menit. Penambahan HNO_3 pekat dan proses pemanasan diulangi hingga larutan jernih atau asap berwarna coklat hilang. Larutan sampel dibiarkan menguap hingga mencapai volume 5 mL. Selanjutnya, ditambahkan 2 mL akuabides dan 3 mL H_2O_2 30% yang dilanjutkan dengan pemanasan kembali hingga volume larutan mencapai 5 mL. Selanjutnya, ditambahkan 10 mL HCl pekat dan dipanaskan hingga volume larutan sampel mencapai 5 mL. Larutan didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No.41. Filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dihimpitkan dengan akuabides. Absorbansi larutan diukur larutan sampel menggunakan FAAS pada panjang gelombang 248,3 nm. Pengujian sampel dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan. Uji ketahanan metode penelitian ini dilakukan dengan mengubah volume pereaksi HNO_3 sebelum destruksi dari 10 mL menjadi 5 mL. Selain itu, perubahan terhadap suhu pemanasan pada saat destruksi juga dilakukan dari 95°C menjadi 110°C . Ketahanan metode ditentukan dengan melakukan uji statistik yaitu uji T dan uji F menggunakan aplikasi SPSS (Rosita et al., 2022).

Uji Estimasi Ketidakpastian Pengukuran (KP). Ketidakpastian pengukuran pada penelitian ini meliputi ketidakpastian preparasi sampel, ketidakpastian konsentrasi Fe dalam sampel, ketidakpastian pembuatan standar, ketidakpastian kurva kalibrasi, dan ketidakpastian repeatabilitas. Langkah pertama penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran adalah membuat skema kerja dan membuat diagram tulang ikan (*fish bone*). Estimasi ketidakpastian pengukuran dapat dihitung dengan menggabungkan semua sumber ketidakpastian ke dalam persamaan ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas. Ketidakpastian baku asal volume pipet atau labu ukur dapat diukur menggunakan persamaan berikut (Endrianti et al., 2023):

$$\mu_{\text{kal}} = \frac{V_{\text{pipet}}}{\sqrt{3}} \quad (9)$$

$$\mu_{\text{ET}} = \frac{V \times \Delta T \times \alpha}{\sqrt{3}} \quad (10)$$



di mana μ_{kal} adalah ketidakpastian kalibrasi, μ_{ET} adalah ketidakpastian efek volume alat gelas, ΔT adalah perbedaan temperatur, α adalah $1/21^\circ\text{C}^{-1}$.

Selanjutnya, volume pipet atau labu ukur dapat diukur menggunakan

$$\mu C = \sqrt{(\mu_{kal})^2 + (\mu_{ET})^2} \quad (11)$$

Ketidakpastian standar dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

$$S^2 = \frac{\sum (y-y_i)^2}{n-2} \quad (12)$$

di mana, y adalah absorbansi, y_i adalah absorbansi yang telah diplotkan ke dalam regresi linear, dan n adalah jumlah standar.

$$\text{var}(x) = \frac{S^2}{b^2} \quad (13)$$

di mana, b adalah *slope*.

$$u(x,y) = \sqrt{\text{var}(x)} \quad (14)$$

Ketidakpastian gabungan presisi dapat dihitung menggunakan persamaan berikut.

$$\mu C = \frac{SD}{\sqrt{n}} \quad (15)$$

di mana, SD adalah standar deviasi dan n adalah jumlah pengulangan.

$$C_s = C \times F_p \quad (16)$$

di mana, C adalah konsentrasi logam Fe dalam sampel dan F_p adalah faktor pengenceran.

Ketidakpastian gabungan dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

$$\mu C_s = C_s \times \sqrt{\left(\frac{\mu V_{\text{pipet}}}{V_{\text{pipet}}}\right)^2 + \left(\frac{\mu V_{\text{labu}}}{V_{\text{labu}}}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{\text{kurva kalibrasi}}}{X}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{\text{repeatabilitas}}}{\text{repeatabilitas}}\right)^2} \quad (17)$$



luas dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

$$UC_s = \mu C_s \times \text{faktor cakupan} \quad (18)$$

akupan adalah 2.