

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia adalah negara kepulauan dengan wilayah laut yang lebih luas dibandingkan dengan wilayah daratannya (Amarrohman et al., 2020). Menurut Laporan Kinerja Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan tahun 2023, Indonesia terdiri dari 17.504 pulau, baik besar maupun kecil, dengan luas daratan sekitar 1,9 juta km² dan wilayah laut mencapai 6,4 juta km². Letak geografis ini menjadikan wilayah laut dan pesisir Indonesia berpotensi menjadi pusat pertumbuhan baru serta harapan dalam mendukung pembangunan berkelanjutan dimasa depan. Kawasan pesisir menyimpan potensi sumber daya alam yang besar, yang dapat dimanfaatkan untuk mendorong pertumbuhan ekonomi nasional serta menjadi penopang kehidupan jutaan penduduk yang tinggal di sekitarnya. Namun, eksploitasi sumber daya tersebut secara berlebihan tanpa perencanaan yang tepat berisiko menimbulkan kerusakan lingkungan dan mengganggu kehidupan masyarakat pesisir (Alfansyuri et al., 2020).

Kegiatan manusia di wilayah pesisir, seperti pembangunan permukiman, kegiatan industri, dan pertanian, berpotensi memberikan dampak buruk terhadap ekosistem laut dan mengancam kelestarian kehidupan perairannya (Purnamasari, 2021; Jamika et al., 2023; Marigomez, 2023). Dampak dari aktivitas manusia di wilayah pesisir antara lain terjadinya penurunan kualitas lingkungan, seperti pencemaran air dan udara. Pencemaran udara muncul akibat masuknya zat polutan dari aktivitas industri, sedangkan pencemaran air disebabkan oleh pembuangan limbah cair industri (Pratiwi et al., 2019). Jika limbah cair ini dibuang ke laut tanpa melalui proses pengolahan yang sesuai, maka dapat mencemari lingkungan laut, merusak ekosistem terumbu karang, serta mengancam keberlangsungan hidup biota laut, termasuk ikan yang dikonsumsi oleh manusia. Seiring waktu, akumulasi bahan pencemar dalam perairan akan berdampak negatif terhadap kelestarian ekosistem di sekitarnya. (Bismas dan Pal, 2023; Tiwi et al., 2025).

Kumala (2024) menyatakan bahwa salah satu isu lingkungan yang menjadi sorotan utama saat ini adalah pencemaran logam berat. Masalah ini menjadi persoalan global yang terus berkembang seiring dengan meningkatnya aktivitas industri, urbanisasi, dan berbagai kegiatan manusia lainnya. Logam berat telah dikenal sejak lama sebagai unsur yang memiliki potensi toksik tinggi bagi manusia (Jomova et al., 2025). Zat ini dapat masuk ke dalam tubuh organisme perairan melalui berbagai jalur, seperti insang, permukaan tubuh, saluran pencernaan, otot, hingga hati. Logam berat yang mencemari perairan umumnya akan mengendap di dasar dan membentuk sedimen, sehingga dapat mengganggu kelangsungan hidup organisme yang tinggal di dalamnya (Pratiwi, 2020).



et al. (2022), beberapa logam berat yang berbahaya bagi makhluk hidup adalah merkuri (Hg), tembaga (Cu), dan timbal (Pb).

Salah satu logam berat yang paling sering dijumpai pada perairan. Secara umum, logam berat yang masuk ke dalam lingkungan berasal dari aktivitas manusia, terutama dari industri yang memakai tembaga dalam proses produksinya yaitu industri tekstil (Pratiwi et al., 2023). Logam mempunyai sifat mengikat bahan organik yang

dapat mengendap di dasar perairan dan bersatu dengan sedimen sehingga kadar logam pada sedimen memiliki nilai lebih tinggi daripada kadar logam yang terdapat dalam air (Liu et al., 2024). Berdasarkan pedoman kualitas sedimen dari *United States Environmental Protection Agency* (US-EPA) tahun 2015 mengenai petunjuk klasifikasi pencemaran sedimen, kadar maksimum logam tembaga sebesar 49,98 mg/kg.

Salah satu kawasan yang memiliki potensi terpapar pencemaran logam tembaga adalah perairan Biringkassi. Kawasan ini memiliki peran strategis bagi masyarakat sekitarnya karena menunjang aktivitas ekonomi yang berkontribusi terhadap peningkatan kesejahteraan warga. Ancaman pencemaran tembaga di perairan Biringkassi diperkirakan berasal dari aktivitas di pelabuhan, khususnya kegiatan bongkar muat kapal pengangkut batu bara milik PT. Semen Tonasa, yang berpotensi menurunkan kualitas air di wilayah tersebut (Usman et al., 2022).

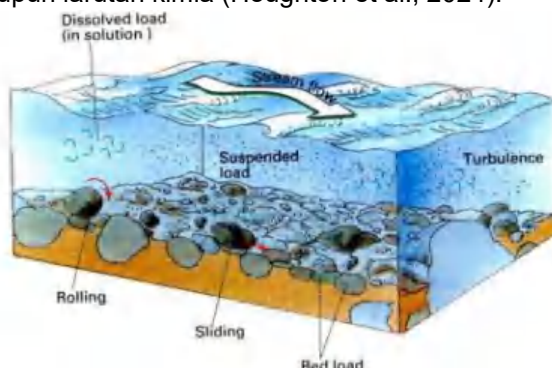
Penentuan kadar sedimen dapat dilakukan dengan berbagai metode, seperti *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS), *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric* (ICP-OES), dan *X-ray Fluorescence* (XRF). Namun, metode FAAS lebih sering digunakan dikarenakan keunggulannya seperti biaya yang lebih murah, lebih mudah dioperasikan, dan memiliki tingkat kepekaan dan selektifitas analisis yang tinggi (Ulhaq et al., 2024; Umcu, 2025). Kinerja metode analisis merupakan proses pembuktian atau konfirmasi hasil pengujian yang objektif di laboratorium, sehingga metode yang digunakan dengan hasil yang didapatkan telah memenuhi persyaratan yang ditetapkan untuk penggunaannya (Ghafar dan Muhammad, 2021).

Penelitian yang dilakukan oleh Rohman et al. (2019) mengenai kandungan tembaga dalam sedimen menggunakan metode FAAS menunjukkan bahwa Sungai Baturusa di wilayah Bangka Belitung memiliki kadar tembaga berkisar antara 0,73 hingga 2,29 mg/kg. Sementara itu, hasil verifikasi metode yang dilaporkan oleh Ariq et al. (2022) menunjukkan nilai linearitas (r) sebesar 0,9999, akurasi (*recovery*) sebesar 103%, presisi (RSD) sebesar 2,68%, batas deteksi (LOD) sebesar 0,014 mg/L, serta batas kuantitasi (LOQ) sebesar 0,045 mg/L. Berbagai studi terkait kinerja analitik dalam analisis kadar tembaga dengan metode *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry* (FAAS) telah dilakukan di beberapa lokasi. Namun, hingga kini belum ada penelitian yang secara spesifik membahas hal tersebut di wilayah perairan Biringkassi. Oleh karena itu, penelitian ini dilaksanakan untuk mengetahui kadar tembaga dalam sedimen di kawasan tersebut sekaligus mengevaluasi kinerja analitik instrumen yang digunakan. Evaluasi ini bertujuan untuk memastikan bahwa metode analisis yang diterapkan mampu menghasilkan data yang valid, terpercaya, dan dapat dipertanggungjawabkan. Parameter kinerja yang dievaluasi meliputi linearitas, akurasi, presisi, batas deteksi, batas kuantitasi, ketahanan metode, serta estimasi ketidakpastian pengukuran.



material hasil pelapukan batuan yang terjadi secara fisik maupun kimia memiliki variasi ukuran, mulai dari yang sangat besar (*boulder*) (*koloid*), serta beragam bentuk seperti bulat, lonjong, hingga

persegi. Umumnya, data sedimen diperoleh melalui pengukuran sedimen tersuspensi dalam aliran sungai (*suspended sediment*). Dengan kata lain, sedimen adalah fragmen, mineral, atau bahan organik yang terbawa dari berbagai sumber dan kemudian mengendap melalui perantara seperti udara, angin, es, air, atau dalam bentuk partikel yang melayang di air maupun larutan kimia (Houghton et al., 2024).



Gambar 1. Bentuk sedimen pada perairan (Munandar et al., 2019)

Sedimentasi adalah proses pengangkutan material hasil pelapukan dan erosi oleh media seperti air, angin, atau gletser ke suatu tempat yang kemudian mengalami pengendapan di permukaan. Material batuan yang tererosi dan terendapkan dalam jangka waktu lama akan membentuk batuan sedimen. Proses ini merupakan rangkaian yang kompleks, diawali dengan pelapukan tanah menjadi partikel halus yang kemudian terbawa oleh aliran air. Aliran tersebut akan membawa sedimen ke area dengan kecepatan arus yang melambat atau berhenti, sehingga sebagian sedimen tertinggal di permukaan tanah, sementara sisanya terbawa masuk ke dalam sungai dan membentuk endapan sedimen (Guo et al., 2024).

1.2.2 Tembaga (Cu)

Tembaga atau *Cuprum* merupakan logam transisi berwarna kemerahan, mudah regang, dan mudah ditempa. Tembaga merupakan konduktor panas dan listrik yang sangat baik. Selain itu, tembaga memiliki reaktivitas kimia rendah (Sato et al., 2024). Tembaga (Cu) termasuk logam berat esensial, meskipun beracun tetapi tetap dibutuhkan tubuh manusia dalam jumlah kecil. Tembaga dalam konsentrasi rendah dapat merangsang pertumbuhan organisme, sebaliknya jika dalam konsentrasi tinggi tembaga akan menjadi penghambat. Tembaga sebagian besar digunakan untuk peralatan listrik (60%), konstruksi seperti atap dan pipa (20%), mesin industri seperti penukar panas (15%) dan logam campur (5%) (Chen et al., 2022). Keberadaan tembaga di suatu perairan umumnya berasal dari daerah industri yang berada di sekitar perairan tersebut (Aziz et al., 2023). Jumlah tembaga terlarut dalam perairan pada umumnya berkisar



avo-Zevallos et al., 2024). Secara alamiah, logam tembaga masuk sebagai akibat peristiwa erosi dan juga berasal dari udara yang n. Secara non-alamiah, berasal dari aktivitas manusia seperti dari ngran logam tembaga pada perairan lebih kecil dibandingkan kadar sedimen. Hal ini dikarenakan logam berat yang terlarut dalam air alam sedimen kemudian berikatan dengan materi organik bebas

1.2.3 Kinerja Analitik

Kinerja analitik merupakan proses evaluasi terhadap metode yang digunakan di laboratorium guna memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan data yang akurat dan sesuai dengan standar yang ditetapkan (Ali et al., 2024). Setiap laboratorium wajib menjamin mutu hasil pengujiannya melalui kegiatan pemantauan, pemeliharaan, serta pengendalian kualitas secara konsisten (Lhajjam et al., 2024). Kinerja analitik dibagi menjadi dua pendekatan utama, yaitu validasi metode dan verifikasi metode. Validasi metode adalah proses pengujian di laboratorium untuk membuktikan bahwa karakteristik metode analisis memenuhi persyaratan yang telah ditentukan (Kartika, 2021). Tujuan dari validasi ini adalah untuk memastikan bahwa metode yang digunakan sesuai dengan peruntukannya, terutama untuk metode analisis yang baru dikembangkan atau dimodifikasi. Sementara itu, verifikasi metode dilakukan untuk membuktikan bahwa laboratorium mampu menerapkan metode analisis standar atau baku dalam kondisi nyata laboratorium. Proses ini juga menunjukkan bahwa laboratorium memiliki kinerja analitik yang baik, mengingat setiap laboratorium memiliki kondisi dan peralatan yang berbeda sehingga hasil uji bisa bervariasi antar laboratorium (Zain dan Yulianti, 2024). Perbedaan mendasar antara validasi dan verifikasi terletak pada jenis metode yang digunakan; validasi diterapkan pada metode yang belum baku seperti yang bersumber dari jurnal atau manual book, sedangkan verifikasi digunakan pada metode yang telah distandarkan, seperti ISO, SNI, atau AOAC. Parameter yang dievaluasi dalam kinerja analitik meliputi akurasi, presisi, linearitas, batas deteksi (LOD), batas kuantitasi (LOQ), ketangguhan (*ruggedness*), ketahanan (*robustness*), sensitivitas, selektivitas (kekhususan), serta estimasi ketidakpastian (Kartika, 2021).

Akurasi atau kecermatan merupakan kedekatan suatu hasil pengukuran kuantitas untuk dibandingkan terhadap nilai yang sebenarnya (*true value*) (Malik, 2023). Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*%recovery*) analit yang ditambahkan. Uji akurasi dilakukan untuk mengetahui ketelitian alat dan analisisnya dalam membuat konsentrasi larutan yang sesuai dengan kadar yang sebenarnya (Magfiroh et al., 2022). Presisi adalah parameter yang menyatakan tingkat kesesuaian (ketelitian) antara hasil pengujian sampel yang dilakukan berulang kali dari sampel yang sama pada kondisi tertentu (Akeadag et al., 2025). Presisi diukur dengan menggunakan perhitungan standar deviasi untuk menyatakan koefisien variasi (CV) atau % standar deviasi, jika nilainya kurang dari 2%, maka metode yang digunakan dalam laboratorium memiliki presisi yang baik (Muryanto, 2020). Ketelitian (presisi) menunjukkan seberapa dekat suatu hasil bila dilakukan berulang dengan sampel yang sama (Kusmiati et al., 2022). Presisi dapat dibagi dalam dua kategori yaitu keterulangan (*repeatability*) dan ketertiruan (*reproducibility*). keterulangan merupakan nilai presisi yang diperoleh jika seluruh



n oleh satu orang analis dalam satu periode tertentu, menggunakan an yang sama dalam laboratorium yang sama. Ketertiruan adalah isilkan pada kondisi yang berbeda, termasuk analis yang berbeda, oratorium yang berbeda dengan analis yang sama (Kartika, 2021). kan suatu parameter metode analisis uji yang dilakukan untuk uan metode analisis dalam memberikan respons linear atau

proporsional terhadap konsentrasi analit sampel. Linearitas menunjukkan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara konsentrasi (x) dengan respon (y) (Magfiroh et al., 2022). Kriteria uji linearitas yang baik apabila nilai koefisien korelasi (r) $\geq 0,995$ (Mula et al., 2023). Batas deteksi (LOD) adalah konsentrasi analit terendah dalam sampel yang masih dapat dideteksi saat pengukuran (Zain dan Yuliyanti, 2024). Batas kuantitasi (LOQ) merupakan konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang memenuhi kriteria presisi dan akurasi. Penentuan untuk limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) dapat dilakukan dengan tiga cara yaitu *signal to noise*, penentuan blanko, dan kurva kalibrasi (Wijayanti dan Siti, 2024).

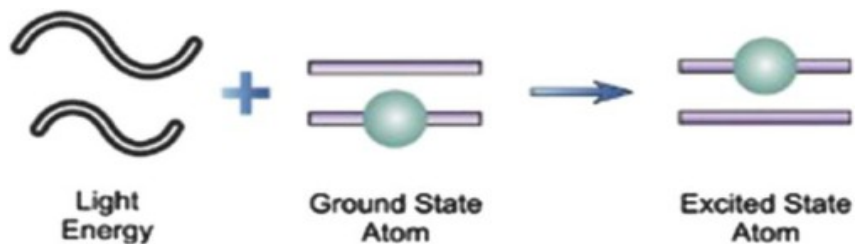
Ketahanan (*robustness*) merupakan pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kekuatan dari suatu metode analisis dalam mempertahankan hasil analisa dengan adanya perubahan kecil pada kondisi pengujian. *robustness* dilakukan dengan membandingkan hasil pengujian pada keadaan normal dan pada saat adanya perubahan kecil seperti perubahan pH, suhu, laju alir, komponen fase gerak ataupun faktor lainnya (Pratiwi et al., 2023). ketangguhan (*ruggedness*) merupakan kemampuan suatu metode analisis untuk tidak dipengaruhi oleh adanya variasi prosedur atau bahan kimia yang digunakan dalam analisis (Borman et al., 2024). Spesifisitas merupakan kemampuan untuk menilai analit secara pasti dan memberikan hasil yang tepat mengenai kandungan atau potensi analit di dalam sampel, meskipun di dalam sampel tersebut terdapat komponen-komponen lain seperti komponen matriks, ketidakmurnian, dan produk degradasi (Fauziah et al., 2023). Sensitifitas dan selektivitas menunjukkan kemampuan metode analisis menentukan analit tertentu dalam sampel secara spesifik dan tidak terpengaruh oleh adanya zat pengotor (Pratiwi et al., 2023).

Estimasi ketidakpastian merupakan parameter yang menyatakan rentang atau kisaran yang memungkinkan terdapat nilai sebenarnya dari parameter yang diukur (Larasati dan Ika, 2022). Estimasi ketidakpastian menunjukkan hasil pengukuran, yang mencirikan penyebaran nilai-nilai yang cukup dan dapat dikaitkan dengan pengukuran (Hafsah et al., 2021). Ketidakpastian pengukuran suatu metode sangat penting dilakukan untuk menjamin kualitas sampel yang dianalisis agar sesuai dengan kualitas yang diharapkan (Akcadag et al., 2025).

1.2.4 Flame atomic absorption spectrometry (FAAS)

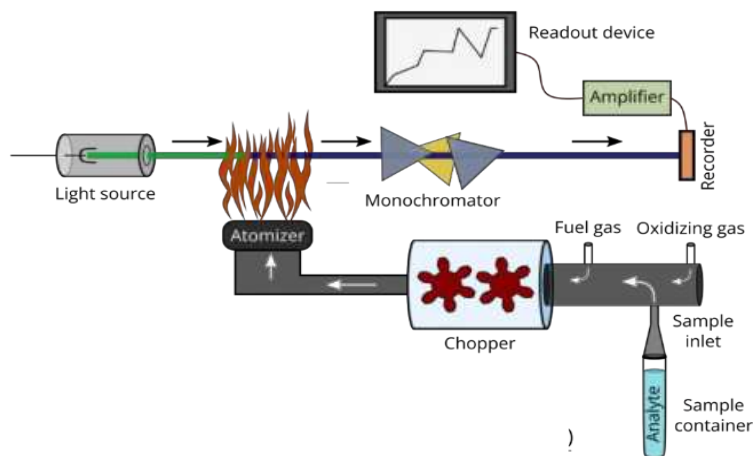
FAAS merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Shahloh et al., 2025). Pengoperasian FAAS didasarkan pada penguapan larutan pada sampel sehingga mengubah logam yang terkandung 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 yang tertentu tergantung pada jenis logamnya. FAAS menggunakan radiasi atom. Spektroskopi serapan atom digunakan untuk konsentrasi analit dalam sampel. Elektron pada atom akan tereksitasi pada energi tinggi dalam waktu singkat dengan menyerap energi (radiasi pada gelombang tertentu) (Ashirafu dan Ntale, 2023).





Gambar 2. Proses adsorpsi cahaya oleh atom (Akash dan Rehman, 2020)

Atom-atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu dengan mengabsorpsi energi dan akan memperoleh lebih banyak energi, kemudian suatu atom pada keadaan dasar dinaikan tingkat energinya ketingkat eksitasi. Logam akan mengabsorpsi energi cahaya. Pengoperasian FAAS diawali dengan penguapan larutan pada sampel sehingga logam yang terkandung berubah 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 (Solikha, 2019).



Gambar 3. Skema alat FAAS (Pohl, 2020)

FAAS terdiri atas berbagai komponen yaitu sumber radiasi (*hallow cathode*), sistem pengatoman (*atomizer*), monokromator, foto detektor (*photomultiplier tube*), dan *read out* (Ashirafu dan Ntale, 2023). Adapun fungsi dari komponen FAAS, yaitu (Solikha, 2019):

- a. Sumber radiasi, berfungsi untuk memberikan radiasi sinar pada atom-atom netral hingga terjadi absorpsi, yang diikuti peristiwa eksitasi atom. Sumber sinar biasanya diperoleh dari lampu katoda berongga (*hallow cathode*).



Gambar 4. Hallow cathode lamp (Solikha, 2019)

- b. Sistem pengatoman (*atomizer*), berfungsi untuk mendapatkan atom-atom netral. Atomisasi dapat dilakukan dengan nyala api atau tanpa nyala api. Metode dengan nyala api dilakukan dengan cara zat yang dibakar dalam nyala api, menghasilkan suhu tinggi yang memecah zat tersebut menjadi atom-atom. Atomisasi tanpa nyala api menggunakan teknik seperti ultrasonik atau nebulizer.
- c. Monokromator, berfungsi untuk mengisolasi sinar yang diperlukan (salah satu atau lebih garis-garis resonansi dengan λ tertentu) dari sinar (spektrum) yang dihasilkan oleh lampu katoda berongga. Peralatan yang digunakannya adalah cermin, lensa, filter, dan prisma atau kisi difraksi.
- d. Sistem optik, berfungsi untuk memfokuskan sinar dari sumber sinar dan mengarah ke sampel lalu diteruskan ke monokromator sampai detektor.
- e. Detektor dan amplifier, detektor berfungsi untuk menentukan intensitas radiasi foton dari garis resonansi yang keluar dari monokromator dan mengubahnya menjadi arus listrik. Biasanya menggunakan tabung pengganda foton (*photo multiplier tube*). Amplifier berfungsi sebagai penguat sinyal listrik yang dihasilkan oleh detektor.

1.3 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

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

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini yaitu:

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

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 pada penelitian ini yaitu sedimen, HCl (Merck), HNO₃ (Merck), H₂O₂ 30% (Merck), larutan induk Cu(NO₃)₂ 1000 mg/L, kertas saring *Whatman* no. 41, dan akuabides.

2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu *hand core sediment sampler*, *coolbox*, instrumen *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS) *spectrAA 220FS*, konikal 300 mL labu ukur 50 mL, labu ukur 100 mL, gelas piala, pipet volume 0,5 mL, pipet volume 1 mL, pipet volume 5 mL, pipet volume 15 mL, pipet skala 10 mL, 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. Adapun tempat pelaksanaan penelitian ini yaitu Laboratorium Kimia dan Lingkungan Hidup, PT SUCOFINDO Cabang Makassar. Pengambilan sampel dilakukan di perairan Biringkassi, Kecamatan Bungoro, 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 dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C, lalu digerus hingga halus menggunakan lumpang dan alu.

2.4.3 Pembuatan Larutan Standar Tembaga (Cu) (SNI 8910:2021)

Larutan induk Cu(NO₃)₂ 100 mg/L. Sebanyak 10 mL larutan induk Cu(NO₃)₂ 1000 mg/L dipipet kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan akuabides hingga tanda batas lalu dihomogenkan.

Larutan induk Cu(NO₃)₂ 10 mg/L. Sebanyak 10 mL larutan Cu(NO₃)₂ 100 mg/L dipipet kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan akuabides hingga tanda batas lalu dihomogenkan.



k (SNI 8910: 2021)

tan Cu(NO₃)₂ 10 mg/L diencerkan menjadi 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 1; 3 berturut-turut sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 5; 15 mL ke dalam masing-masing labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan 5 mL HNO₃ pekat. Setelah itu, dihomogenkan hingga tanda batas lalu dihomogenkan. Absorbansi deret digunakan spektrofotometer serapan atom-nyala pada panjang

gelombang 324,7 nm. Linearitas metode dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut (Kartika, 2021):

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

dimana, 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 menjadi jernih atau asap berwarna cokelat menghilang. Larutan sampel dibiarkan menguap hingga volumenya mencapai 5 mL. Larutan kemudian ditambahkan 2 mL akuabides dan 3 mL H_2O_2 30%, dilanjutkan dengan pemanasan kembali hingga volume larutan mencapai 5 mL. Setelah itu, ditambahkan 10 mL HCl pekat dan dilakukan pemanasan hingga volume akhir larutan mencapai 5 mL. Larutan didinginkan, kemudian disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No. 41. Filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas. Setelah itu, Larutan tembaga 0,6 mg/L dipipet sebanyak 1 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL lalu ditambahkan larutan sampel yang telah dipreparasi hingga tanda batas. Absorbansi larutan diukur menggunakan FAAS pada panjang gelombang 324,7 nm dan dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Akurasi metode pada penelitian ini dinyatakan dalam %*recovery* yang dapat dihitung menggunakan persamaan berikut (Pratiwi et al., 2023):

$$\%R = \frac{CF-CA}{C'A} \quad (2)$$

dimana, CF adalah konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran (mg/L), CA adalah konsentrasi sampel 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 kembali pada suhu 95°C selama 30 menit. Penambahan HNO_3 pekat dan proses pemanasan diulangi hingga larutan menjadi jernih atau asap berwarna cokelat menghilang. Larutan sampel dibiarkan menguap hingga volumenya mencapai 5 mL. Larutan kemudian ditambahkan 2 mL akuabides dan 3 mL H_2O_2 30%, dilanjutkan dengan pemanasan kembali hingga volume larutan mencapai 5 mL. Setelah itu, ditambahkan 10 mL HCl



pemanasan hingga volume akhir larutan mencapai 5 mL. Larutan ini disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No. 41. Filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas. Larutan kemudian diukur menggunakan instrumen FAAS pada panjang gelombang 324,7 nm dan dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Kadar tembaga dalam larutan ditentukan dengan menggunakan persamaan berikut (SNI 8910:2021):

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

dimana, 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 dapat ditentukan dengan menghitung standar deviasi dan persentase koefisien variasi menggunakan persamaan (Zain dan Yulianti, 2024):

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

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

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

Presisi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan CV Horwitz (*Coefficient Variance* Horwitz) apabila %CV yang diperoleh > 2% dengan persamaan berikut (Kartika, 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 Kuantisasi. Akuabides dipipet sebanyak 0,5 mL lalu dimasukkan masing-masing ke dalam 7 labu ukur 50 mL, selanjutnya dihomogenkan. Absorbansi larutan diukur menggunakan FAAS pada panjang gelombang 324,7 nm. Penentuan batas deteksi dan batas kuantitasi dapat ditentukan menggunakan persamaan (Suryani et al., 2022):

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

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

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



ustness). Sampel yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 1 g O_3 1:1 sebanyak 5 mL. Setelah itu, dipanaskan dengan *hotplate* lama 15 menit. Selanjutnya, ditambahkan 5 mL HNO_3 pekat lalu pada suhu $95^\circ C$ selama 30 menit. Penambahan HNO_3 pekat dan diulangi hingga larutan menjadi jernih atau asap berwarna coklat sampel dibiarkan menguap hingga volume mencapai 5 mL. Larutan

kemudian ditambahkan 2 mL akuabides dan 3 mL H₂O₂ 30%, dilanjutkan dengan pemanasan kembali hingga volume larutan mencapai 5 mL. Setelah itu, ditambahkan 10 mL HCl pekat dan dilakukan pemanasan hingga volume akhir larutan mencapai 5 mL. Larutan didinginkan, kemudian disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No. 41. Filtrat dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas. Absorbansi larutan diukur menggunakan FAAS pada panjang gelombang 324,7 nm. Pengujian sampel dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan. Uji ketahanan metode penelitian ini dilakukan dengan mengubah volume pereaksi HNO₃ 1:1 sebelum destruksi dari 10 mL menjadi 5 mL dan suhu pemanasan pada saat destruksi dari 95°C menjadi 50°C. Ketahanan metode ditentukan dengan melakukan uji statistik yaitu uji T dan uji F menggunakan aplikasi SPSS (Rosita et al., 2022).

Uji Estimasi Ketidakpastian (KP). Ketidakpastian pengukuran pada penelitian ini meliputi ketidakpastian preparasi sampel, ketidakpastian konsentrasi tembaga dalam sampel, ketidakpastian pembuatan standar, ketidakpastian kurva kalibrasi, dan ketidakpastian repeatabilitas. Estimasi ketidakpastian pengukuran dapat dihitung dengan menggabungkan semua sumber ketidakpastian ke dalam persamaan ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas. Langkah pertama penentuan ketidakpastian yaitu dengan membuat skema kerja, kemudian membuat diagram tulang ikan (*fish bone*). Ketidakpastian baku asal volume pipet atau labu ukur dapat diukur menggunakan persamaan (Hafsah et al., 2021):

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

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

dimana, μ_{kal} adalah ketidakpastian kalibrasi, μ_{ET} adalah ketidakpastian efek temperatur, V adalah volume alat gelas, ΔT adalah perbedaan temperatur, α adalah ketetapan yaitu 0,00021 C⁻¹.

Ketidakpastian gabungan volume pipet atau labu ukur dapat diukur menggunakan persamaan berikut.

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

Ketidakpastian standar dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

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



orbansi, y_i adalah absorbansi yang telah diplotkan ke dalam regresi jumlah standar.

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

dimana, b adalah *slope*.

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

Ketidakpastian gabungan presisi dapat dihitung menggunakan persamaan berikut.

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

dimana, SD adalah standar deviasi dan n adalah jumlah pengulangan.

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

dimana, C adalah kadar logam tembaga dalam sampel dan Fp adalah faktor pengenceran.

Ketidakpastian gabungan dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

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

Ketidakpastian diperluas dapat dihitung dengan menggunakan persamaan berikut.

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

dimana, nilai faktor cakupan adalah 2.

