

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pelabuhan Paotere adalah pelabuhan yang terletak di Kecamatan Ujung Tanah, sekitar tiga kilometer dari Pantai Losari di bagian utara Kota Makassar. Pelabuhan Paotere digunakan untuk kapal perintis dan kapal rakyat tradisional serta aktivitas masyarakat di sekitarnya. Di Pelabuhan Paotere, kapal dapat bertambat untuk bongkar muat barang dan gudang penyimpanan di mana kapal membongkar barangnya serta dapat disimpan dalam waktu yang lebih lama sembari menunggu pengiriman ke lokasi tujuan atau pengapalan (Yahya, 2013).

Aktivitas kapal seperti pengisian bahan bakar, perbaikan mesin kapal, pencucian kapal dapat menyebabkan logam berat masuk ke dalam perairan. Selain itu, Sampah dari pasar ikan dan limbah rumah tangga dari permukiman juga dapat memengaruhi masuknya logam berat. Peningkatan konsentrasi logam berat di perairan dapat disebabkan oleh pertumbuhan penduduk, aktivitas industri, dan eksploitasi sumber daya alam (Nurhidayati et al., 2021).

Limbah dari aktivitas tersebut masuk ke lingkungan perairan laut melalui aliran sungai ataupun pembuangan sampah yang langsung dibuang ke laut. Pencemaran akibat aktivitas manusia dapat menyebabkan kerugian besar bagi makhluk hidup. Pada umumnya, limbah tersebut mengandung logam berat seperti tembaga, arsen, merkuri, kromium, timbal dan lain-lain. Semakin tinggi kadar logam berat maka semakin tinggi pula toksisitasnya sehingga memengaruhi rantai makanan pada ekosistem laut (Nurhamiddin dan Ibrahim, 2018).

Logam berat dalam perairan laut akan mengalami pengendapan yang kemudian terabsorpsi oleh makhluk hidup pada perairan tersebut. Selain itu, logam berat juga mengendap di dasar perairan dan menyatu dengan sedimen karena memiliki sifat yang dapat mengikat bahan organik sehingga konsentrasi logam berat pada sedimen lebih tinggi daripada permukaan air. Adanya sedimen logam berat yang tersuspensi akan memengaruhi kualitas sedimen di perairan tersebut dan juga sekitarnya (Caroline dan Moa, 2015, dalam Nurhidayati et al., 2021).

Tembaga (*cuprum*) dilambangkan dengan Cu. Dalam tabel periodik unsur, tembaga menempati posisi dengan nomor atom 29 dan mempunyai massa atom 63,546 g/mol serta massa jenis 8,96 g/cm³. Logam Cu digolongkan pada logam penghantar listrik yang terbaik setelah perak. Logam Cu banyak digunakan dalam bidang elektronika dan listrik. Dalam bidang industri lainnya, senyawa Cu juga digunakan pada industri cat, insektisida, dan fungisida (Palar, 2008).

Logam Cu masuk ke dalam perairan sebagai akibat peristiwa erosi dan dari udara yang terbawa oleh air hujan. Sedangkan dari aktivitas manusia berasal dari aktivitas pelabuhan, limbah industri, dan limbah domestik. Logam Cu merupakan logam esensial yang bermanfaat dalam pembentukan haemosianin sistem darah dan enzimatis bagi hewan air. Namun, konsentrasinya yang tinggi pada perairan dapat berakibat buruk bagi ikan seperti menghambat oksidasi asam laktat dalam insang. Konsentrasi Cu dalam badan air bila berada dalam kisaran 2,5-3,0 mg/L akan

membunuh ikan yang ada didalamnya (Palar, 2008). Menurut Yusuf et al. (2013) bahwa dalam kondisi normal, keberadaan Cu dalam perairan ditemukan dalam bentuk senyawa ion Cu^+ dan Cu^{2+} yang berikatan dengan senyawa lain seperti CuCO_3 atau CuCO^+ dan CuOH^+ . Jumlah Cu yang terlarut dalam perairan laut pada umumnya berkisar antara 0,002 – 0,005 ppm.

Sejumlah penelitian melaporkan adanya indikasi pencemaran pada air laut di perairan Indonesia akibat adanya kontaminasi Cu. Studi yang dilakukan oleh Nurhamiddin dan Ibrahim (2018) melaporkan bahwa kandungan logam Cu yang terukur di wilayah perairan pantai Pelabuhan Bastiong dengan kadar logam berat Cu paling tinggi adalah 4,0123 mg/L yang sudah melebihi batas baku mutu air laut. Dilaporkan pula oleh Nurhidayati et al. (2021) bahwa kandungan logam Cu pada Pelabuhan Lembar berkisar antara 0,0033-0,0137 mg/L yang masih berada di bawah ambang batas. Selain itu, menurut Ruspita (2023) diperoleh kadar logam Cu pada tiga stasiun di Pelabuhan Perikanan Pantai Labuan yaitu 0,001 mg/L. Hasil ini menunjukkan bahwa kadar logam Cu pada ketiga stasiun pengambilan sampel berada di bawah nilai baku mutu yaitu 0,05 mg/L jika dibandingkan dengan Baku Mutu Air Laut berdasarkan Keputusan Menteri Lingkungan Hidup Nomor 51 Tahun 2004, baik baku mutu untuk biota laut (0,008 mg/L) maupun baku mutu untuk wisata bahari dan pelabuhan (0,05 mg/L). Berdasarkan hasil penelitian tersebut diperoleh informasi bahwa tinggi rendahnya kontaminan Cu pada sejumlah wilayah perairan laut di Indonesia disebabkan karena adanya pengaruh aktivitas antropogenik.

Salah satu parameter uji yang diuji pada air permukaan adalah penetapan kadar logam Cu pada air permukaan secara spektrofotometri serapan atom (SSA) yang mengacu pada SNI 6989.6:2009 tentang Cara Uji Logam Tembaga dalam Air dan Air Limbah (BSN, 2009). Menurut Ariq et al. (2022) bahwa untuk mengonfirmasi ulang kesesuaian metode tersebut maka secara berkala dilakukan validasi untuk membuktikan kinerja metode masih sesuai dan memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan. Parameter validasi metode analisis yang diuji yaitu linieritas, akurasi, presisi, limit deteksi metode (LoD), dan limit kuantitasi (LoQ).

Spektrofotometri serapan atom (SSA) adalah metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas. Metode SSA sangat spesifik dan akurat dalam mengidentifikasi suatu unsur logam berat dengan biaya yang minim. Pengukuran menggunakan SSA dapat langsung dibaca dengan tingkat sensitifitas yang tinggi (Effendi et al., 2014).

Dalam penggunaan SSA, terdapat beberapa metode yang biasa dilakukan yaitu metode kurva kalibrasi dan adisi standar. Metode kurva kalibrasi adalah metode yang digunakan dalam menentukan suatu konsentrasi elemen kimia tertentu yang sifatnya belum diketahui melalui proses kalibrasi terhadap standar dari konsentrasi yang telah diketahui (Kafesa et al., 2022). Adapun metode lain yang biasa digunakan adalah metode adisi standar. Metode adisi standar merupakan metode kuantitatif dengan cara menambahkan larutan standar dengan konsentrasi tertentu yang telah diketahui ke dalam sampel target yang ingin dianalisis yang diduga menghasilkan efek matriks (Rialto et al., 2020).

Metode adisi standar terdiri dari dua jenis yaitu metode adisi standar tunggal dan adisi standar berganda. Metode adisi standar tunggal merupakan penambahan satu larutan standar yang konsentrasinya telah diketahui dengan pasti. Metode ini mempunyai kelebihan yaitu dapat menghemat waktu dan menghemat bahan kimia. Metode adisi standar berganda merupakan penambahan lebih dari satu larutan standar yang konsentrasinya telah diketahui dengan pasti. Metode ini mempunyai kelebihan yaitu ketelitian dan ketepatannya lebih dapat dipercaya (Listantia, 2020).

Sejumlah penelitian terkait melaporkan hasil yang bervariasi dalam mengukur konsentrasi Cu menggunakan SSA. Penelitian yang dilakukan oleh Sulistyaningrum et al. (2015) melaporkan bahwa metode kurva kalibrasi memberikan hasil yang lebih tinggi untuk pengukuran analit logam berat dibandingkan adisi standar. Selain itu, penelitian yang dilakukan oleh Selpiana et al. (2016) dan Sean et al. (2022) melaporkan bahwa metode adisi standar memiliki hasil parameter analitik (nilai akurasi, presisi, LoD, LoQ, dan koefisien korelasi) lebih bagus dibandingkan metode kurva kalibrasi. Namun, menurut Emilia et al. (2021) melaporkan bahwa meskipun nilai pengukuran berbeda, namun secara statistik tidak ada perbedaan yang signifikan antara kedua metode tersebut.

Berdasarkan latar belakang tersebut, telah dilakukan penelitian tentang penerapan dan perbandingan metode kurva kalibrasi, adisi standar tunggal dan adisi standar berganda untuk analisis logam berat Cu dengan metode spektrofotometri serapan atom pada sampel air laut di wilayah perairan Pelabuhan Paotere, Kota Makassar.

1.2 Rumusan Masalah

1. Berapa kadar logam berat Cu menggunakan alat SSA berdasarkan perhitungan menggunakan metode kurva kalibrasi, adisi standar tunggal dan adisi standar berganda?
2. Bagaimana perbandingan hasil analisis kadar logam Cu menggunakan alat SSA berdasarkan metode kurva kalibrasi, adisi standar tunggal, dan adisi standar berganda pada sampel air laut dan air laut buatan?

1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian

1.3.1 Maksud Penelitian

Maksud penelitian ini adalah membandingkan hasil analisis kadar logam Cu menggunakan alat SSA berdasarkan metode kurva kalibrasi, adisi standar tunggal dan berganda serta memberikan informasi mengenai kandungan logam Cu pada sampel air laut disekitar Pelabuhan Paotere, Kota Makassar.

1.3.2 Tujuan Penelitian

Penelitian bertujuan untuk menentukan kadar logam berat Cu yang terkandung dalam sampel air laut di sekitar Pelabuhan Paotere, berdasarkan perhitungan menggunakan metode kurva kalibrasi, adisi standar tunggal dan adisi standar berganda serta membandingkan antara metode kurva kalibrasi, adisi standar tunggal dan adisi berganda dalam analisis kandungan logam berat Cu sebagai bentuk validasi metode perhitungan konsentrasi menggunakan SSA.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi mengenai perbandingan metode kurva kalibrasi, adisi standar tunggal dan adisi berganda dalam analisis kandungan logam berat Cu dalam sampel air disekitar wilayah Pelabuhan Paotere menggunakan SSA dan memberikan informasi mengenai kandungan logam Cu di wilayah tersebut serta menambah pengetahuan dan pengalaman bagi peneliti dan pembaca.

BAB II METODE PENELITIAN

2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah garam laut *Red Sea Salt*, sampel air laut, padatan $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (*Merck*), HNO_3 65% (*Merck*), akuabides, kertas pH universal, kertas saring *Whatman* No. 42, tisu dan kertas label.

2.2 Alat Penelitian

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *water sampler horizontal*, botol polietilen (PE) 1 L, neraca digital Ohaus, *coolbox*, statif, klem, termometer, *bulb*, *hotplate*, refraktometer, labu semprot, lampu katoda berongga Cu dan spektrofotometer serapan atom (SSA) *Buck Scientific* 205 dan alat-alat gelas yang umum digunakan di laboratorium.

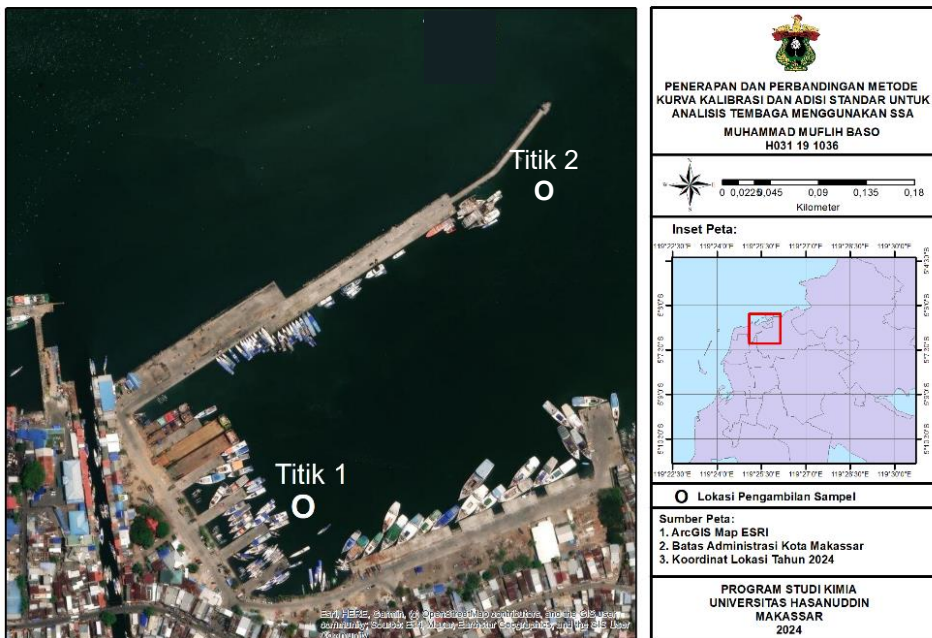
2.3 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Juli sampai September 2024. Pengambilan sampel bertempat di Pelabuhan Paotere Makassar. Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik, Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin.

2.4 Prosedur Penelitian

2.4.1 Penentuan Titik Pengambilan Sampel (SNI 6989.57: 2008)

Titik pengambilan sampel ditentukan dengan mempertimbangkan lokasi yang menjadi pusat pemanfaatan mata air atau berdasarkan tempat yang dianggap representatif (mewakili) di sekitar Pelabuhan Paotere Makassar.



Gambar 1. Peta Lokasi Penelitian

2.4.2 Pembuatan Air Laut Buatan (Sanjayadi dan Noegrohati, 2017)

Sea Salt (garam laut) sebanyak 38,1579 g ditimbang ke dalam gelas kimia 50 mL menggunakan neraca digital, kemudian dilarutkan dengan akuabides dan ditambahkan larutan standar Cu 0,1 mg/L menggunakan pipet skala 1 mL. Selanjutnya, dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, lalu diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan. Lalu diukur suhu, pH dan kadar salinitasnya.

2.4.3 Pengambilan Sampel Air Laut (Alimah et al., 2014)

Pengambilan sampel air laut dilakukan dengan metode *grab sample*. Sampel air laut diambil sebanyak 2000 mL menggunakan *water sampler* pada setiap titik sampling dengan kedalaman pengambilan sampel yaitu 1 meter dari permukaan air laut. Kemudian dimasukkan ke dalam botol plastik polietilen (PE) 1000 mL yang telah dicuci sebanyak tiga kali dengan air laut. Selanjutnya dilakukan pengukuran suhu sampel air dengan menggunakan termometer. Sampel air untuk analisis logam berat diawetkan menggunakan larutan HNO₃ pekat dengan menambahkan beberapa tetes sampai pH ≤ 2 . Kemudian botol sampel diberi label lalu dimasukkan ke dalam *coolbox* dan dibawa ke laboratorium untuk dilakukan analisis.

2.4.4 Preparasi Air Laut Buatan dan Sampel Air (SNI 6989.6: 2009)

Preparasi dimulai dengan memipet sampel sebanyak 100 mL ke dalam gelas kimia 250 mL, ditambahkan 5 mL HNO₃ pekat untuk memecahkan ikatan senyawa organik dalam sampel yang dapat mengganggu analisis logam berat sehingga menghasilkan larutan yang jernih dan bebas dari partikel padat. Lalu dipanaskan perlahan-lahan hingga volumenya 15-20 mL kemudian didinginkan. Sampel yang sudah dingin disaring menggunakan kertas saring *Whatman* no. 42 ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan akuabides hingga tanda batas lalu dihomogenkan. Larutan sampel air dan air laut buatan siap dianalisis menggunakan SSA dengan metode kurva kalibrasi, adisi standar tunggal, dan adisi standar berganda.

2.4.5 Pembuatan Larutan Standar Cu (SNI 6989.6: 2009)

2.4.5.1 Pembuatan Larutan Induk Cu 100 mg/L

Padatan Cu(NO₃)₂·3H₂O sebanyak 0,0380 g ditimbang dengan teliti ke dalam gelas kimia 50 mL menggunakan neraca digital Ohaus, kemudian dilarutkan dengan akuabides dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Selanjutnya, pH larutan diatur menjadi ≤ 2 menggunakan 5 mL HNO₃ 0,5 N, lalu diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2.4.5.2 Pembuatan Larutan Intermediet Cu 10 mg/L

Larutan standar Cu 10 mg/L, dibuat dengan cara dipipet 10 mL larutan induk Cu 100 mg/L kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian dihomogenkan dengan akuabides hingga tanda batas.

2.4.5.3 Pembuatan Larutan Baku Kerja Cu Metode Kurva Kalibrasi

Larutan baku Cu 10 mg/L dipipet masing-masing 0; 0,25; 0,5; 1; 2; 4; dan 8 mL ke dalam labu ukur 25 mL, kemudian diatur pada $\text{pH} \leq 2$ dengan menambahkan HNO_3 0,5 N, selanjutnya diencerkan hingga tanda batas menggunakan akuabides untuk variasi konsentrasi 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,6; dan 3,2 mg/L.

2.4.5.4 Pembuatan Larutan Baku Kerja Cu Metode Adisi Tunggal

Larutan sampel sebanyak 20 mL dipipet ke dalam dua labu ukur 25 mL, labu ukur II ditambahkan larutan standar Cu 1 mg/L kemudian diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2.4.5.5 Pembuatan Larutan Baku Kerja Cu Metode Adisi Berganda (Sulistyaningrum et al., 2014)

Larutan sampel sebanyak 20 mL masing-masing dipipet ke dalam 6 labu ukur 25 mL, kemudian larutan standar Cu 10 mg/L dipindahkan sebanyak 0; 0,25; 0,5; 1; 2; dan 4 mL menggunakan mikro buret ke dalam labu ukur. Kemudian diatur pada $\text{pH} \leq 2$ dengan ditambahkan 0,5 mL HNO_3 0,5 N, lalu diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan sehingga konsentrasi larutan standar Cu yang ditambahkan ke dalam sampel masing-masing 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; dan 1,6 mg/L (Sulistyaningrum et al., 2014).

2.4.6 Pembuatan Larutan Blanko (SNI 6989.6: 2009)

Larutan HNO_3 0,5 N sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, lalu larutan diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan.

2.4.7 Analisis Kadar Logam Menggunakan SSA (SNI 6989.6: 2009)

2.4.7.1 Analisis Kadar Logam Cu Metode Kurva Kalibrasi (SNI 6989.6: 2009)

Analisis logam berat pada sampel dilakukan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) berdasarkan prosedur untuk logam Cu, dimana lampu katoda sebagai sumber radiasi. Analisis logam berat Cu pada alat SSA dengan sistem atomisasi nyala digunakan campuran gas asetilen-udara yang dapat menghasilkan suhu tinggi yang dapat menghasilkan atom bebas dengan panjang gelombang Cu adalah 324,8 nm. Sampel dan deret standar diukur serapannya dengan menggunakan SSA. Data nilai absorban dan konsentrasi larutan baku kemudian dibuat grafik (kurva baku). Serapan larutan contoh kemudian diplotkan ke kurva larutan baku sehingga diperoleh konsentrasi logam yang dianalisis. Kadar Cu dihitung dengan persamaan (1):

$$y = ax + b \quad (1)$$

di mana, y adalah absorbansi sampel, a adalah *slope* (nilai kemiringan), x adalah konsentrasi sampel, dan b adalah *intercept*.

Kadar logam Cu dalam sampel ditentukan dengan menggunakan rumus pada persamaan (2):

$$\text{Kadar Cu (mg/L)} = C \times f_p \quad (2)$$

di mana, C adalah konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L) dan fp adalah faktor pengenceran.

2.4.7.2 Analisis Kadar Logam Cu Metode Adisi Standar Tunggal (Khaldun, 2018)

Larutan standar dan larutan sampel diukur serapannya menggunakan SSA pada panjang gelombang Cu adalah 324,8 nm. Selanjutnya, data nilai absorbansi dan konsentrasi larutan dibuat grafik kurva adisi tunggal. Hasil pengukuran menggunakan SSA dengan metode adisi standar tunggal dapat dihitung kadar logam Cu dengan menggunakan rumus pada persamaan (3):

$$C_{\text{smp}} = \frac{A_{\text{smp}}}{A_{\text{std}}} \times C_{\text{std}} \quad (3)$$

di mana, C_{smp} adalah kadar logam dalam sampel (mg/L), A_{smp} adalah absorbansi larutan sampel, A_{std} adalah absorbansi larutan standar, dan C_{std} adalah konsentrasi larutan standar (mg/L).

2.4.7.3 Analisis Kadar Logam Cu Metode Adisi Standar Berganda (Khaldun, 2018)

Larutan standar dan larutan sampel diukur serapannya menggunakan SSA pada panjang gelombang Cu adalah 324,8 nm. Selanjutnya, data nilai absorbansi dan konsentrasi larutan dibuat grafik kurva adisi berganda. Hasil pengukuran menggunakan SSA dengan metode adisi standar berganda dapat dihitung kadar logam Cu dengan menggunakan rumus pada persamaan (4) dan (5):

$$x\text{-intercept} = -\frac{b}{m} \quad (4)$$

$$C_0 = -\frac{x\text{-intercept} \times V_{\text{flask}}}{V_{\text{unk}}} \quad (5)$$

di mana, b adalah *intercept*, m adalah *slope*, *x-intercept* adalah hasil bagi nilai *slope* dan *intercept* (mg/L), V_{flask} adalah volume labu ukur yang digunakan (mL), V_{unk} adalah volume sampel (mL), dan C_0 adalah kadar logam dalam sampel (mg/L)

2.4.8 Validasi Metode

2.4.8.1 Linearitas (Chandra et al., 2016)

Sebagai parameter adanya hubungan linear digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linear $y = a \pm bx$. Data dari pengukuran kurva kalibrasi, adisi standar tunggal dan adisi standar berganda, kemudian dianalisis dengan regresi linear sehingga diperoleh koefisien korelasi (r) yang menunjukkan linearitasnya. Nilai linearitas yang baik adalah $0,99 \leq r \leq 1$.

2.4.8.2 LoD dan LoQ (Sumarno dan Kusumaningtyas, 2019)

Pada Uji LoD dan LoQ dilakukan dengan cara menginjeksi larutan standar dengan konsentrasi sebesar nilai limit deteksi instrumen atau dilakukan dengan cara menginjeksi larutan blanko sampel ditambahkan analit (*spike*) dengan konsentrasi 0,1 mg/L, kemudian diukur absorbannya dengan pengulangan 7 kali kemudian

dihitung konsentrasi dan standar deviasinya dengan menggunakan persamaan (6), (7) dan (8) berikut:

$$\text{LoD} = x + 3 \text{ SD} \quad (6)$$

$$\text{LoQ} = x + 10 \text{ SD} \quad (7)$$

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\sum_{i=0}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-2}} \quad (8)$$

di mana, x adalah nilai rata-rata hasil pengukuran dari blanko yang sama (mg/L), SD adalah standar deviasi dari blanko, X_i adalah data ke i , $\bar{X}$ adalah rata-rata data, dan n adalah jumlah data.

2.4.8.3 Uji Presisi (Aryani dan Ernawati, 2022)

Data hasil pengulangan pengujian memenuhi batas keberterimaan dengan persamaan (9):

$$\% \text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{X}} \times 100\% < (0,67) 2^{1-0,5 \log C} \quad (9)$$

di mana, %RSD adalah % *relative standard deviation* atau simpangan baku relatif, SD adalah *standard deviation* atau simpangan baku, $\bar{X}$ adalah rata-rata hasil pengulangan pengujian, dan C adalah konsentrasi yang dinyatakan dalam bentuk fraksi (1 ppm = 0,000001).

a. Uji Presisi Metode Kurva Kalibrasi

Larutan sampel air yang telah dipreparasi kemudian diukur absorbansinya, pengukuran dilakukan 7 kali. Setelah data diperoleh, dihitung konsentrasi rata-rata, standar deviasi dan %RSD.

b. Uji Presisi Metode Adisi Standar Tunggal

Disiapkan 2 larutan sampel, larutan sampel I sebanyak 20 mL dipipet ke dalam labu ukur 25 mL, dan untuk larutan sampel II ditambahkan analit dengan konsentrasi 1 mg/L lalu diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas kemudian diukur absorbansinya, pengukuran dilakukan 7 kali. Setelah data diperoleh, dihitung konsentrasi rata-rata, standar deviasi dan %RSD.

c. Uji Presisi Metode Adisi Standar Berganda

Disiapkan 6 labu ukur 25 mL kemudian dipipet larutan sampel sebanyak 15 mL masing-masing ke dalam labu ukur, lalu ditambahkan larutan standar Cu 10 mg/L sebanyak 0; 0,25; 0,5; 1; 2; dan 4 mL menggunakan mikro buret ke dalam labu ukur. Selanjutnya, larutan diatur hingga $\text{pH} \leq 2$ dengan menambahkan 0,5 mL HNO_3 0,5 N, lalu diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas dan dihomogenkan sehingga konsentrasi larutan standar Cu yang ditambahkan ke dalam sampel masing-masing 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; dan 1,6 mg/L. Kemudian diukur absorbansinya, pengukuran dilakukan 7 kali. Setelah data diperoleh, dihitung konsentrasi rata-rata, standar deviasi dan %RSD.