

Uji Kinerja Instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (AAS) Shimadzu 6650 F Terhadap Logam Fe, Zn pada Kegiatan Praktikum Kimia Anorganik di UPT Laboratorium Terpadu UNS

Sugito^{1,a}, Soerya Dewi Marliyan², Hastuti Diah Apriana^b

¹UPT Laboratorium Terpadu UNS, Surakarta, Kode Pos 57126

²FMIPA UNS, Surakarta, Kode Pos 57126, E-Mail :msoerya@staff.uns.ac.id

^aE-Mail:Sgito.eni@gmail.com,

^bE-mail diahapriana@gmail.com

Submisi: 30 Juni 2022; Penerimaan: 07 September 2022

ABSTRAK

Spektrofotometer Serapan Atom atau Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) adalah instrumen untuk melakukan analisa kandungan logam antara lain: Fe, Zn, Ag, Cr, Ni, Cd, Fe, Zn, Cu, Ca, Mg, K, Co dan Na dimana dasar pengukurannya adalah pengukuran serapan sinar oleh suatu atom. Sinar yang tidak diserap diteruskan dan diubah menjadi sinar listrik yang terukur dan terjadi eksitasi atom. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui uji kinerja alat AAS Shimadzu 6650F terhadap pengujian kadar logam Fe dan Zn. Hal ini sangat penting karena berpengaruh besar terhadap keabsahan hasil pengukuran pada kegiatan praktikum kimia an-organik di Laboratorium Kimia UPT Lab Terpadu UNS. Kinerja yang akan diteliti antara lain linearitas, presisi, limit deteksi dan akurasi. Dari hasil pengukuran diperoleh linearitas (R^2) untuk logam Fe sebesar 1,0000, untuk Zn dengan R^2 sebesar 0,9999, sedangkan untuk presisi logam Fe 0,56 dan Zn 0,72. Besaran limit deteksi diperoleh nilai LOD untuk parameter uji logam Fe sebesar 0,01 dan logam Zn sebesar 0,005 dengan matrik aqua bidest, sedangkan akurasi yakni sebesar 2,51 % untuk logam Fe dan logam Zn sebesar 0,84 % bias

Kata Kunci: Spektrofotometer AAS, Uji Kinerja, Fe dan Zn

PENDAHULUAN

Unit Pelaksana Teknis Laboratorium Terpadu UNS mempunyai misi menjadi Laboratorium Pendidikan, laboratorium riset dan layanan pengujian yang unggul dengan berstandar internasional untuk mendukung Universitas Sebelas Maret sebagai Universitas Riset (research University) dan Universitas Pengusaha (Entrepreneur University) dan misiantara lain memberikan pelayanan teknis untuk kegiatan Pendidikan, penelitian dan pengembangan inovasi sains dan teknologi, dan pengabdian kepada masyarakat menuju *Research University* (Universitas riset) dan *Enterpreneurship University* (Universitas Pengusaha) (Darmono, 2006). Terkait dengan hal

tersebut maka harus dapat dipastikan setiap alat /instrumen laboratorium mempunyai validitas yang baik. Salah satu alat utama yang terdapat di UPT Laboratorium Terpadu Sub.Lab.Kimia adalah AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) Shimadzu 6650 F (Sugito & Marliyana, 2021).

Spektroskopi Serapan Atom /SSA atau yang sering dikenal dalam bahasa aslinya/bahasa Inggris: *Atomic Absorption Spectroscopy/AAS* merupakan instrumen dalam kimia analisis yang menggunakan prinsip energi yang diserap atom (Gunanjar, 1997). Spektrometri atomik adalah metode pengukuran spektrum yang berkaitan dengan serapan dan emisi

atom (Nasution, 2004). Berdasarkan metodenya (absorpsi atau emisi), dikenal dua jenis spektrofotometer nyala yaitu: Spektrofotometer Emisi Nyala atau *Flame Emission Spektrophotometer*, FES dan Spektrofotometer Serapan Atom, SSA (*Atomic Absorbtion Spectroscopy*, AAS) (Underwood dkk, 1986).

Spektroskopi serapan atom digunakan untuk menganalisis konsentrasi analit dalam sampel. Elektron pada atom akan tereksitasi pada orbital yang lebih tinggi dalam waktu singkat dengan menyerap energi (radiasi pada panjang gelombang tertentu). Spektroskopi serapan atom terdiri atas berbagai komponen yaitu: Sumber radiasi (hallow cathode), Sistem pengatoman (atomizer), Monokromator, Foto *detector (photomultiplier tube)*, *Read out* (Sumar H, 1994)

Adapun Spektrofotometer Serapan Atom yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom Shimadzu 6650 F. Sedangkan contoh uji menggunakan logam Fe dan Zn, Larutan Standar Nist Fe dan Zn konsentrasi 1000 mg/L. Aplikasi yang menggunakan spektroskopi serapan atom ini telah banyak digunakan untuk pengujian kadar logam total maupun terlarut dalam air. Menurut Dara (2010) CRM adalah "reference material yang sudah disertifikasi dengan prosedur metrologi yang absah salah satu atau lebih sifatnya, Logam-logam yang sering dianalisa pada lat ini adalah: Fe, Cu, Ni, Cd, Pb, Zn, Cr, dan Co, Ba, Si dan Al (Wahab dkk, 2005). Adapun Penelitian ini menggunakan Standar logam Fe dan Zn untuk diuji kinerja dengan panjang gelombang logam Fe 248,3 dan logam Zn 284 nm (Standarisasi Nasional Indonesia, 2019)

Uji kinerja yang dimaksud dalam penelitian ini meliputi :

1. **Linearitas:** Adalah perubahan respon alat terhadap perubahan konsentrasi analit bentuk kurvanya linier, dengan persamaan garis $y=bx+a$ dan koefisien regresi mendekati +1 atau -1
2. **Presisi:** menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogeny.
3. **Limit deteksi:** merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat/instrument untuk mengukur sejumlah analit tertentu.
4. **Akurasi:** sebagai kesesuaian antara hasil analisis dengan nilai benar

METODE PENELITIAN

Bahan

HNO₃ pekat, larutan Standart Nist Fe: 1000 mg/L, larutan Standart Nist Zn 1000 mg/L, pelarut deionized water, waterone, kertas saring whatman 42

Alat

Labu ukur 1000 ml, labu ukur 100 ml, pipet ukur 0,1 ml ; 0,5 ml ; 1 ml; 5 ml ; 10 ml, pipet tetes, erlenmeyer 250 ml, dragball, AAS, kompresor

Preparasi Instrumen (Metode Flame)

Preparasi Instrumen

1. Nyalakan *Main valve* tabung gas yang akan digunakan Metode *Flame*, Udara(kompresor) dan Gas Acetylene (Analisa flame acetylene)
2. Nyalakan Power UPS dengan menekan tombol “ On “
3. Siapkan kebutuhan analisa (larutan baku, lampu katode, aquabides dsb)
4. Nyalakan Monitor dan CPU Komputer
5. Nyalakan Instrumen AAS Shimadzu 6650 F sesuai metode yang digunakan (Shimadzu Europe, 2000).

Proses Injeksi Standar dan sampel

1. **Linearitas:** Penentuan linearitas dilakukan dengan membaca absorbansi seri konsentrasi larutan baku Fe dalam pelarut HNO_3 0,05 mol yaitu: 0,0 ppm, 0,25 ppm ,0,5 ppm, 1,0 ppm,2,0 ppm, 5,0 ppm dan 10 ppm pada panjang gelombang 248,3 nm untuk logam Fe, untuk logam Zn 0 ppm, 0,05 ppm ,0,10 ppm, 0,25 ppm, 1,0 dan 2,0 ppm pada panjang gelombang 284 nm. Hasil serapan yang diperoleh dibuat persamaan kurva baku digunakan untuk menghitung nilai regresi, koefisien korelasi, intersep dan slope (kemiringan) (Sudarwin, 2008).
2. **resisi:** Larutan standar 2,5 ppm logam Fe dan 0,25ppm logam Zn diukur sebanyak 10 ulangan. Hasil serapan dapat untuk menghitung serapan rata-rata, Relative Standard Deviation (RSD) dan Standard Deviation (SD) serta ketelitian alat (Skoog dkk., 2000).

3. **Limit deteksi:** Melakukan pengukuran larutan blanko (deionized water) sebanyak 10 ulangan. Limit deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dan kurva kalibrasi larutan standar. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai slope (b) pada persamaan garis linier $y=bx+a$, sedangkan simpangan baku blanko=simpangan baku residual (Sy/x) (Higuchi & Hanssen, 1961).
4. **Akurasi:** Melakukan pengukuran contoh uji Fe standard solution traceable to SRM from Nist Fe 2 ppm dan Zn standard solution traceable to SRRM from Nist 0,5 ppm masing-masing 3 ulangan. Hasil serapan digunakan untuk menghitung nilai perolehan kembali (recovery).

Analisa Data :

1. Memasukkan data deret standar di aplikasi yang sudah tersedia di computer F. 2.1.8/ F-7.0/2020 logam Fe dan 2.1.13/F-7.0/2020 (Gholib & Rohman, 2014).
2. Memasukkan data contoh uji / sampel di aplikasi yang sudah teredia di aplikasi perhitungan F. Analisis logam

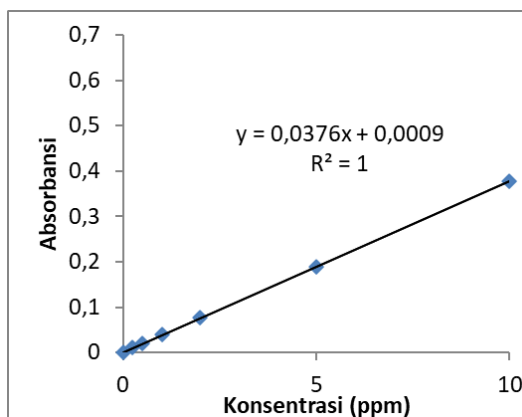
HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Linearitas

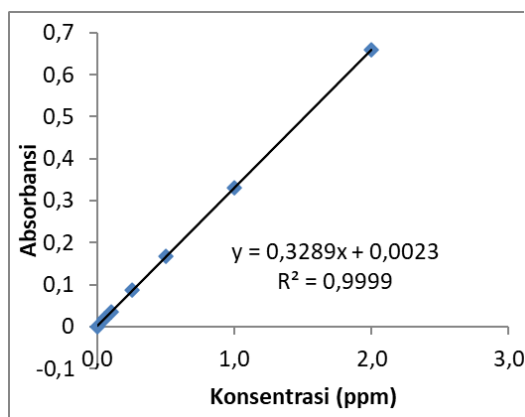
Gambar 1 dan Gambar 2 menunjukkan kurvastandar linearitas logam Fe dan Zn. Dari Gambar 1, parameter linearitas logam Fe untuk daerah kosentrasi (0 – 10) ppm dengan R^2 1, harga slopenya yaitu 0,0376 abs unit per kosentrasi ppm dan intersep +0,0009. Sedangkan Gambar 2,

parameter linearitas logam Zn untuk daerah konsentrasi (0 – 2) ppm dengan R2 = 0,9999, masih berada didaerah linier dengan sensitifitas yang cukup baik ditunjukkan dari harga slopenya yaitu

0,3289 abs unit per konsentrasi ppm, intersep +0,0023 (semakin besar slope alat semakin sensitif) (Mulja & suharman, 1995).



Gambar 1. Kurva standar linearitas Logam Fe



Gambar 2. Kurva standar linearitas Logam Zn

Presisi

Tabel 1 dan Tabel 2 menunjukkan table perhitungan untuk mendapatkan

nilai presisi. Dari pembacaan parameter Presisi untuk logam Fe dan Zn diperoleh Harga % RSD atau Koefisien variase CV (%) 0,56 dan 0,72 cukup baik

Tabel 1 Presisi Logam Fe

No	Absorbansi sampel				Konsentrasi (X) (ppm)	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$
	1	2	3	Rerata			
1	0,089	0,088	0,087	0,088	2,47	-0,021	0,00046
2	0,089	0,088	0,089	0,089	2,49	-0,004	0,00002
3	0,088	0,087	0,088	0,088	2,47	-0,021	0,00046
4	0,090	0,089	0,089	0,089	2,50	0,013	0,00017
5	0,089	0,090	0,089	0,089	2,51	0,015	0,00023
6	0,091	0,088	0,087	0,089	2,49	-0,002	0,00000
7	0,089	0,089	0,088	0,088	2,48	-0,014	0,00019
8	0,089	0,090	0,089	0,089	2,50	0,010	0,00011
9	0,088	0,090	0,090	0,089	2,50	0,010	0,00011
10	0,090	0,089	0,088	0,089	2,50	0,014	0,00020
	Σ				24,90		
	\bar{X}				2,49		
	$\Sigma(X_i - \bar{X})^2$						0,00019
	$\sqrt{\Sigma(X_i - \bar{X})^2}$						0,01396
	Simpangan baku = S						0,01396
	Simpangan baku relatif = RSD = S/Rerata						0,00561
	Koefisien variasi - CV(%) = RSD * 100%						0,56081

Tabel 2 Presisi logam Zn

No	Absorbansi sampel			Rerata	Konsentrasi(X) (ppm)	$X_i - \bar{X}$	$(X_i - \bar{X})^2$
	1	2	3				
1	0,088	0,088	0,086	0,0872	0,258	0,000	0,0000002
2	0,087	0,086	0,086	0,0866	0,256	-0,001	0,0000018
3	0,087	0,086	0,088	0,0870	0,258	0,000	0,0000000
4	0,088	0,088	0,086	0,0874	0,259	0,001	0,0000015
5	0,087	0,088	0,088	0,0877	0,260	0,002	0,0000041
6	0,086	0,087	0,086	0,0864	0,256	-0,002	0,0000037
7	0,088	0,088	0,087	0,0882	0,261	0,004	0,0000132
8	0,088	0,088	0,085	0,0870	0,258	0,000	0,0000000
9	0,085	0,086	0,087	0,0860	0,254	-0,003	0,0000093
10	0,087	0,085	0,088	0,0866	0,256	-0,001	0,0000013
	Σ				2,575		
				\bar{X}	0,258		
							$\Sigma(X_i - \bar{X})^2$
							0,0000035
							$\sqrt{\Sigma(X_i - \bar{X})^2}$
							0,00187
							Simpangan baku = S
							0,00187
							Simpangan baku relatif = RSD = S/Rerata
							0,00727
							Koefisien variasi - CV(%) = RSD * 100%
							0,72744

Limit Deteksi

Tabel 3 dan Tabel 4 menunjukkan perhitungan limit deteksi (LOD) logam Fe

dan logam Zn. Harga LOD parameter uji Fe dengan matriks Aqua Bidest sebesar 0,010 sedang LOD Zn dengan matriks Aqua Bidest sebesar = 0,005

Tabel 3 Perhitungan LOD logam Fe

No	Absorbansi sampel			Rerata	Konsentrasi (X) (ppm)
	1	2	3		
1	0,0014	0,0016	0,0017	0,00157	0,01773
2	0,002	0,0016	0,0016	0,00173	0,02216
3	0,0015	0,0012	0,0018	0,00150	0,01596
4	0,0019	0,0016	0,0014	0,00163	0,01950
5	0,0015	0,0014	0,0016	0,00150	0,01596
6	0,0016	0,0018	0,0017	0,00170	0,02128
7	0,0012	0,0016	0,0019	0,00157	0,01773
8	0,0014	0,0018	0,0015	0,00157	0,01773
9	0,0016	0,0016	0,0012	0,00147	0,01507
10	0,0014	0,0014	0,0011	0,00130	0,01064
	SD				0,00329
	MDL = 3,14*SD				0,01034

Tabel 4 Perhitungan LOD Logam Zn

No	Absorbansi sampel			Rerata	Konsentrasi (X) (ppm)
	1	2	3		
1	0,0021	0,0035	0,0035	0,00303	0,00223
2	0,0037	0,0036	0,0047	0,00400	0,00517
3	0,0032	0,0034	0,0033	0,00330	0,00304
4	0,0041	0,0045	0,0041	0,00423	0,00588
5	0,0044	0,0043	0,0034	0,00403	0,00527
6	0,0046	0,0041	0,0056	0,00477	0,00750
7	0,0054	0,0045	0,0043	0,00473	0,00740
8	0,0044	0,0034	0,0047	0,00417	0,00568
9	0,0045	0,0047	0,0048	0,00467	0,00720
10	0,0039	0,0042	0,0034	0,00383	0,00466
	SD				0,001769
	MDL = 3,14*SD				0,005555

Akurasi

Tabel 5 dan Tabel 6 menunjukkan perhitungan nilai akurasi larutan standar logam Fe dan Zn. Nilai akurasi larutan standar Fe yang didapat sebesar 2,5,

sedangkan nilai akurasi larutan standar Zn sebesar 0,84. Akurasi % simpangan hasil pengukuran Harga akurasi masih <± 5 % berarti masih cukup baik. Nilai bias baik logam Fe dan Zn

Tabel 5 Perhitungan Akurasi Larutan Standar Logam Fe

Sampel	Absorbansi				Kons X	Kontrol Y	Selisih Z = (Y-X)	%Akurasi Z/Y. 100
	I	II	II	Rata2				
1	0,0732	0,0733	0,0738	0,0734	1,9291	2,000	0,0709	3,5461
2	0,0740	0,0741	0,0721	0,0734	1,9761	2,000	0,0239	1,1968
3	0,0730	0,0723	0,0713	0,0722	1,9441	2,000	0,0559	2,7926
							Rerata	2,5118

Tabel 6 Perhitungan Akurasi Larutan Standar Logam Zn

Sampel	Absorbansi				Kons X	Kontrol Y	Selisih Z = (X-Y)	%Akurasi Z/Y. 100
	I	II	III	Rata2				
1	0,1684	0,1688	0,1694	0,1689	0,5064	0,5000	0,0064	1,2871
2	0,1683	0,1705	0,1656	0,1681	0,5042	0,5000	0,0042	0,8412
3	0,1680	0,1693	0,1649	0,1674	0,5020	0,5000	0,0020	0,3953
							Rerata	0,8411

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisa dapat diambil kesimpulan:

1. Linearitas: Untuk Logam Fe didapatkan R² sebesar 1 dan untuk Logam Zn didapatkan R² sebesar 0,99 masih berada di linear
2. Presisi: keterulangan analisa cukup stabil dengan hasil presisi 1,3333
3. Limit Deteksi: MDL untuk parameter uji Fe dengan matriks Aqua Bidest,
4. Waterone adalah 0,0103 dan untuk parameter uji Zn sebesar 0,0055
5. Akurasi: Dengan menggunakan Iron Standard solution traceable to SRM from NIST Fe(NO₃)₃ 2 ppm ,didapatkan akurasi sebesar 2,51 % dan Standard solution traceable to SRM from NIST Zn(NO₃)₂ 0,5 ppm diperoleh akurasi sebesar 0,84 % bias

DAFTAR PUSTAKA

Darmono. 2006. Lingkungan Hidup dan Pencemaran Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam. Univ. Indonesia (UI.Press) Jakarta

Gholib, G.I. dan A. Rohman. 2014. Kimia Analisis Farmasi. Cetakan XII. Yogyakarta: PUSTAKA PELAJAR.

Gunanjar. 1997. Spektrofotometri Serapan Atom. Diktat Keahlian Analisis Kimia Bahan Bakar Nuklir, Batan,

Higuchi, T and Hanssen, E. B., 1961, Pharmaceutical Analysis, Interscience Publisher, New-York.

Mulja, M., dan Suharman, 1995, Analisis Instrumental, 111-113 Airlangga University Press, Surabaya.

Nasution, F. A., 2004, Bahaya Timbal dan Permasalahannya, Departemen teknik dan lingkungan ITB, Bandung

Shimadzu Europe. 2000. Instrument Database: AA-6650F Atomic Absorption Spectrophotometer.

Skoog. D. A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2000.

- Fundamentals of Analytical Chemistry. Hardcover: 992 pages, Publisher: Brooks Cole
- Standarisasi Nasional Indonesia. 2019. SNI 6989-08-2019: Cara Uji Kadar Logam Terlarut dan Logam Total secara Spektrometri Serapan Atom (SSA)-nyala. 26.
- Sudarwin, 2008, Analisis Spasial Pencemaran Logam Berat (Pb Dan Cd) Pada Sedimen Aliran Sungai Dari Tempat Pembuangan Akhir (TPA) Sampah Jatibarang Semarang, Tesis, Program Pasca Sarjana Universitas Diponegoro, Semarang
- Sugito, S., & Marliyana, S. D. 2021. Uji Performa Spektrofotometer Serapan Atom Thermo Ice 3000 Terhadap Logam Pb Menggunakan CRM 500 dan CRM 697 di UPT Laboratorium Terpadu UNS. Indonesian Journal of Laboratory, 4(2), 67. <https://doi.org/10.22146/ijl.v4i2.67438>
- Sumar,H., 1994, Kimia Analitik Instrumen. Edisi Kesatu. IKIP Semarang Press. Semarang.
- Syamsuddin, U.(1987),” Logam berat dan Antagonis dalam Farmakologi dan Terapi”.Edisi III, Farmakologi UI, Jakarta.
- Underwood, A. L, dkk. 1986. Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Kelima. diterjemahkan oleh Pudjaatmaka, Aloysius Hadyana. Jakarta: Erlangga
- Wahab, W., Latifah, J., dan Sahetapy, J., 2005, Analisis Logam Berat Kadmium (Cd) dan Tembaga (Cu) pada Air Laut di Sekitar tempat Pelelangan Ikan Kabupaten Sinjai Propinsi Sulawesi Selatan, Ichthyos, 4 (1), 29-3