

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR Fe(II) AIR LIMBAH TAMBANG SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

RAFLY DERMAWAN



**PROGRAM STUDI ANALISIS KIMIA
SEKOLAH VOKASI
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2025**



@Hak cipta milik IPB University

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



PERNYATAAN MENGENAI TUGAS AKHIR DAN SUMBER INFORMASI SERTA PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa proposal tugas akhir dengan judul “Validasi Metode Penentuan Kadar Fe(II) Air Limbah Tambang Secara Spektrofotometri Serapan Atom” adalah karya saya dengan arahan dari dosen pembimbing dan belum diajukan dalam bentuk apa pun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka di bagian akhir laporan ini.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta dari karya tulis saya kepada Institut Pertanian Bogor.

Bogor, November 2025

Rafly Dermawan
J0312211131



@Hak cipta milik IPB University

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

ABSTRAK

RAFLY DERMAWAN. Validasi Metode Penentuan Kadar Fe(II) Air Limbah Tambang Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Dibimbing oleh TRIVADILA.

Air banyak dimanfaatkan pada sektor pertambangan, menghasilkan limbah air tambang mengandung zat besi dengan konsentrasi berbahaya bagi lingkungan. Penentuan kadar Fe(II) pada air limbah tambang di PT Bukit Asam menggunakan metode destruksi basah berbasis HNO_3 65%, yaitu sebanyak 5 mL untuk setiap pengujian dengan potensi pencemaran lingkungan. Penelitian ini bertujuan memvalidasi metode modifikasi volume penggunaan HNO_3 dari 5 mL menjadi 1 mL berdasarkan standar AOAC 2019. Parameter validasi meliputi linearitas, presisi, akurasi, *Limit of Detection*, *Limit of Quantification*, *Robustness*, dan *Ruggedness*. Hasil optimasi menunjukkan volume optimum HNO_3 sebesar 1 mL. Validasi metode menunjukkan linearitas yang sangat baik ($r^2 = 0,9997$), presisi ($\% \text{RSD} (5,01) \leq 15\%$), akurat ($80\% \leq \% \text{recovery} (106,72) \leq 110\%$), *Limit of Detection* (0,1149 mg/L), *robust* ($f \text{ hitung} \leq f \text{ tabel}$), dan *rugged* ($t \text{ hitung} \leq t \text{ tabel}$), tetapi *Limit of Quantification* (0,3482 mg/L) melebihi konsentrasi analit (0,2125 mg/L). Oleh karena itu, metode dinyatakan tidak valid dan belum dapat diterapkan sebagai prosedur standar analisis zat besi dalam air limbah tambang.

Kata kunci: analisis besi (II), destruksi basah, modifikasi volume, validasi metode

ABSTRACT

RAFLY DERMAWAN. Validation of the Method for Determining Fe(II) Content of Mine Wastewater Using Atomic Absorption Spectrophotometry. Supervised by TRIVADILA.

Water was widely used in the mining sector, producing mine wastewater containing iron with concentrations that are dangerous for the environment. Determination of Fe(II) in mining wastewater at PT Bukit Asam used a wet destruction method based on 65% HNO_3 , namely 5 mL for each test which has the potential for environmental pollution. This study aimed to validate the method of modifying the volume of HNO_3 used from 5 mL to 1 mL based on the 2019 AOAC standard. Validation parameters include linearity, precision, accuracy, Limit of Detection, Limit of Quantification, Robustness, and Ruggedness. The optimization results showed that the optimum volume of HNO_3 was 1 mL. Method validation showed excellent linearity ($r^2 = 0.9997$), precision ($\% \text{RSD} (5,01) \leq 15\%$), accurate ($80\% \leq \% \text{recovery} (106,72) \leq 110\%$), Limit of Detection (0,1149 mg/L), *robust* ($f \text{ calculated} \leq f \text{ table}$), and *rugged* ($t \text{ calculated} \leq t \text{ table}$), however *Limit of Quantification* (0,3482 mg/L) exceeded analyte concentration (0,2125 mg/L). Therefore, the method was declared not valid and can't be applied as a standard procedure for iron analysis in mine wastewater.

Keywords: iron (II) analysis, method validation, volume modification, wet digestion



Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

© Hak Cipta milik IPB, tahun 2025
Hak Cipta dilindungi Undang-Undang

Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan atau menyebutkan sumbernya. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik, atau tinjauan suatu masalah, dan pengutipan tersebut tidak merugikan kepentingan IPB.

Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apa pun tanpa izin IPB.

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR Fe AIR LIMBAH TAMBANG SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

RAFLY DERMAWAN

Tugas Akhir
sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Terapan pada
Program Studi Analisis Kimia

**PROGRAM STUDI ANALISIS KIMIA
SEKOLAH VOKASI
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2025**



@Hak cipta milik IPB University

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



Judul Tugas Akhir : Validasi Metode Penentuan Kadar Fe(II) Air Limbah
Tambang Secara Spektrofotometri Serapan Atom
Nama : Rafly Dermawan
NIM : J0312211131

@Hak cipta milik IPB University

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

Disetujui oleh

Pembimbing 1 :

Trivadila S.Si., M.Si., Ph.D.

Diketahui oleh

Ketua Program Studi :

Dr. Farida Laila S.Si, M.Si.
NIP. 19761103201409200

Dekan Sekolah Vokasi :

Dr. Ir. Aceng Hidayat M.T.
Nip. 196607171992031003





@Hak cipta milik IPB University

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

PRAKATA

Puji syukur atas kehadiran Allah SWT. yang telah memberikan segala nikmat dan karunia-nya sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan Tugas Akhir dengan judul “Validasi Metode Penentuan Kadar Fe(II) Air Limbah Tambang Secara Spektrofotometri Serapan Atom”. Laporan ini disusun berdasarkan pengujian di Laboratorium Penanganan dan Angkutan Batu Bara PT. Bukit Asam, Tbk dari tanggal 05 Mei – 05 Juli 2025.

Terima kasih penulis ucapkan kepada pembimbing, Trivadila S.Si., M.Si., Ph.D. yang telah membimbing dan memberi saran. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada pembimbing lapangan penulis, Ibu Shinta Tresia Andini selaku supervisor laboratorium air PT. Bukit Asam, Tbk yang telah memberikan izin melakukan Tugas Akhir beserta staf Laboratorium yang telah membantu selama pengumpulan data.

Ucapan terima kasih tidak lupa juga diucapkan kepada Faisal HZ (ayah) dan Karni Nuria Lestari (ibu) yang telah berdoa kepada Allah SWT. sehingga penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir dengan sedikit kendala. Penulis juga berterima kasih atas motivasi yang telah diberikan sehingga penulis mampu menyelesaikan Tugas Akhir tanpa ada rasa jenuh dan rasa tidak suka terhadap pekerjaan yang dilakukan.

Bogor, November 2025

Rafly Dermawan



@Hak cipta milik IPB University

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	x
I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	2
1.4 Manfaat	2
1.5 Ruang Lingkup	2
1.6 Hipotesis	2
II TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Air	3
2.2 Destruksi	3
2.3 Spektrofotometer Serapan Atom	4
2.4 Validasi Metode	5
III METODE	9
3.1 Waktu dan Tempat	9
3.2 Alat dan Bahan	9
3.3 Prosedur	9
3.4 Analisis Data	12
IV HASIL DAN PEMBAHASAN	13
4.1 Hasil Uji Kesesuaian Sistem	13
4.2 Hasil Modifikasi Volume HNO ₃	14
4.3 Hasil Penentuan Linearitas	15
4.4 Hasil Penentuan Presisi	16
4.5 Hasil Penentuan Akurasi	17
4.6 Hasil Penentuan <i>Limit of Detection</i> dan <i>Limit of Quantification</i>	18
4.7 Hasil Penentuan <i>Robustness</i>	19
4.8 Hasil Penentuan <i>Ruggedness</i>	20
V SIMPULAN DAN SARAN	21
DAFTAR PUSTAKA	22
LAMPIRAN	25



DAFTAR TABEL

4.1	Hasil uji kesesuaian sistem	14
4.2	Hasil modifikasi volume HNO_3	14
4.3	Hasil penentuan presisi	16
4.4	Hasil penentuan akurasi	17
4.5	Hasil penentuan LoD dan LoQ	18
4.6	Hasil penentuan robustness	19
4.7	Hasil penentuan ruggedness	20
4.8	Rangkuman hasil validasi metode	20

DAFTAR GAMBAR

2.1	Ilustrasi operasi AAS	5
3.1	Skema kerja penelitian	10
4.1	Kurva kalibrasi standar Fe(II)	16

DAFTAR LAMPIRAN

1	Hasil uji kesesuaian sistem	26
2	Penentuan volume modifikasi HNO_3	27
3	Penentuan linearitas metode	28
4	Penentuan presisi metode	29
5	Penentuan akurasi metode	30
6	Penentuan <i>Limit of Detection</i> dan <i>Limit of Quantification</i> metode	31
7	Penentuan Robustness metode	32
8	Penentuan Ruggedness metode	33