

VALIDASI METODE ANALISIS ARSEN LIMBAH INDUSTRI BATIK DI CIREBON SECARA SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM GENERATOR HIDRIDA

ISHIKA JAUZA NASYWA



**PROGRAM STUDI ANALISIS KIMIA
SEKOLAH VOKASI
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2024**

- 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 LAPORAN PROYEK AKHIR DAN SUMBER INFORMASI SERTA PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa laporan proyek akhir dengan judul “Validasi Metode Analisis Arsen Limbah Industri Batik di Cirebon Secara Spektrofotometer Serapan Atom Generator Hidrida” adalah karya saya dengan arahan dari dosen pembimbing dan belum diajukan dalam bentuk apa pun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi yang 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 proyek akhir ini.

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

Bogor, Juli 2024

Ishika Jauza Nasywaa
J0312201075

ABSTRAK

ISHIKA JAUZA NASYWA. Validasi Metode Analisis Arsen Limbah Industri Batik di Cirebon Secara Spektrofotometer Serapan Atom Generator Hidrida. Dibimbing oleh ATEP DIAN SUPARDAN dan ROSADI.

Arsen merupakan logam berat yang berbahaya bagi manusia maupun lingkungan. Limbah industri batik merupakan salah satu penyumbang keberadaan arsen di lingkungan. Penggunaan pewarna sintesis yang mengandung logam berat dalam pewarnaan batik menyumbangkan kandungan logam berat arsen dalam limbah batik. Validasi metode analisis dilakukan dengan mengukur beberapa parameter, yaitu kecermatan, keseksamaan, linearitas, selektivitas, batas deteksi, batas kuantifikasi, ketangguhan, dan kekuatan. Hasil penelitian didapatkan nilai parameter linearitas dinyatakan valid dengan nilai koefisien (r) 0,9955 dengan persyaratan koefisien korelasi (r) $> 0,99$, kecermatan dengan nilai persen perolehan kembali sebesar 88,22% dinyatakan valid dengan memenuhi persyaratan 40,00–120,00%, keseksamaan dengan nilai RSD 3,24% dinyatakan valid dengan persyaratan sebesar $< 15,00\%$, nilai batas deteksi sebesar 0,9553 ppb dan batas kuantifikasi 3,1844 ppb, ketangguhan dinyatakan valid dengan nilai RSD H1 mirip RSD H2, selektivitas dinilai tidak selektif dengan nilai uji t didapatkan t -hitung $> t$ -tabel, dan kekuatan dinyatakan tidak *robust* dengan nilai uji F didapatkan F -hitung $> F$ -tabel.

Kata kunci: arsen, batik, hidrida, spektrofotometer, validasi metode

ABSTRACT

ISHIKA JAUZA NASYWA. Validation of Arsenic Analysis Method of Batik Industrial Waste in Cirebon Using Hydrida Generator Atomic Absorption Spectrophotometer. Guided by ATEP DIAN SUPARDAN and ROSADI.

Arsenic is a heavy metal that is harmful to humans and the environment. Batik industrial waste is one of the contributors to the existence of arsenic in the environment. The use of synthetic dyes containing heavy metals in batik dyeing contributes to the content of heavy metal arsenic in batik waste. Validation of the analytical method is carried out by measuring several parameters, namely accuracy, precision, linearity, selectivity, limit of detection (LoD), limit of quantification (LoQ), ruggedness, and robustness. The research results showed that the linearity parameter value was declared valid with a coefficient value (r) of 0.9955 with the requirement of a correlation coefficient (r) > 0.99 , accuracy with a percent recovery value of 88.22% was declared valid by meeting the requirements of 40.00–120.00%, precision with an RSD value of 3.24% is declared valid with a requirement $< 15.00\%$, the detection limit value is 0.9553 ppb and the quantification limit is 3.1844 ppb, toughness is declared valid with the RSD H1 similar RSD H2 value, selectivity is assessed as not selective with The t test value is obtained by t -count $> t$ -table, and the strength is declared not robust with the F test value obtained by F -count $> F$ -table.

Keywords: arsenic, batik, hydride, method validation, spectrophotometer

Judul Laporan Proyek Akhir: Validasi Metode Analisis Arsen Limbah Industri Batik di Cirebon Secara Spektrofotometer Serapan Atom Generator Hidrida

Nama : Ishika Jauza Nasywa
NIM : J0312201075

Disetujui oleh

Pembimbing 1:
Atep Dian Supardan, S.Si., M.Si.
NIP. 201807198001031001



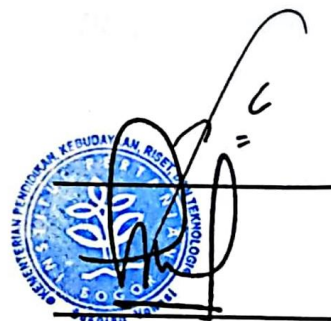
Pembimbing 2:
H. Rosadi, M.Sc



Diketahui oleh

Ketua Program Studi:
Dr. Farida Laila, S.Si., M.Si.
NIP. 197611032014092002

Dekan Sekolah Vokasi:
Dr. Ir. Aceng Hidayat, M.T.
NIP. 196607171992031003



Tanggal Ujian: 11 Juli 2024

Tanggal Lulus:

PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah subhanaahu wa ta'ala atas segala karunia-Nya sehingga karya ilmiah ini berhasil diselesaikan. Tema yang dipilih dalam penelitian yang dilaksanakan sejak bulan Februari 2024 sampai bulan April 2024 ini ialah validasi metode, dengan judul “Validasi Metode Analisis Arsen Limbah Industri Batik di Cirebon Secara Spektrofotometer Serapan Atom Generator Hidrida”.

Terima kasih penulis ucapkan kepada para pembimbing, Atep Dian Supardan, S.Si., M.Si. yang telah membimbing dan banyak memberi saran. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada pembimbing akademik, moderator seminar, dan penguji luar komisi pembimbing. Di samping itu, penghargaan penulis sampaikan kepada kepada H. Rosadi, M.Sc, Anisa Larassati, A.Md.Si., Rini Andiarni, serta staff Laboratorium PT National Andalan Services yang telah membantu selama pengumpulan data. Ungkapan terima kasih juga disampaikan kepada ayahanda Drs. H. Yusuf, ibunda Hj. Mulyati, A.Md., serta seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan, doa, dan kasih sayangnya.

Semoga karya ilmiah ini bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan dan bagi kemajuan ilmu pengetahuan.

Bogor, Juli 2024

Ishika Jauza Nasywa



DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL	vii
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN	vii
DAFTAR REAKSI	viii
PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
1.5 Ruang Lingkup	3
1.6 Hipotesis	3
II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Limbah Cair Batik	4
2.2 Arsen (As)	5
2.3 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Generator Hidrida	7
2.4 Validasi Metode Analisis	9
III METODE	
3.1 Waktu dan Tempat	10
3.2 Alat dan Bahan	10
3.4 Prosedur Kerja	10
3.5 Analisis Data	17
V HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Kondisi Instrumen	18
4.2 Reaksi Reduksi dalam Generator Hidrida	22
4.3 Linearitas	25
4.4 Batas Deteksi dan Batas Kuantifikasi	26
4.5 Keseksamaan	28
4.6 Kecermatan	29
4.7 Selektivitas	30
4.8 Ketangguhan	32
4.9 Kekuatan	34
4.10 Analisis Data Validasi Metode	36
V SIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Simpulan	40
5.2 Saran	40
DAFTAR PUSTAKA	41
LAMPIRAN	44
RIWAYAT HIDUP	54

DAFTAR TABEL

1	Perubahan metode analisis arsen dari metode acuan	11
2	Pengkondisian alat spektrofotometer serapan atom	13
3	Variasi uji kekuatan	16
4	Bagian instrumen yang berpotensi mengganggu analisis arsen	21
5	Hasil perhitungan batas deteksi dan batas kuantifikasi	27
6	Hasil perhitungan keseksamaan analisis air limbah industri batik di Cirebon	29
7	Hasil pengukuran nilai perolehan kembali	30
8	Hasil perhitungan selektivitas analisis arsen air limbah industri batik di Cirebon	31
9	Hasil pengukuran ketangguhan pada analisis arsen sampel air limbah industri batik di Cirebon	33
10	Hasil perhitungan konsentrasi pengujian kekuatan analisis arsen limbah industri batik	34
11	Hasil validasi metode analisis arsen dalam limbah industri batik di Cirebon	37

DAFTAR GAMBAR

1	Skema pembuatan batik dan sumber limbah	4
2	Reaksi katalisis arsenik heterosiklik pada hidroborasi	6
3	Keratosis arsenik (kiri) dan lesi <i>arsenicosis</i> (kanan)	6
4	Skema umum komponen-komponen pada instrumen SSA	7
5	Skema analisis menggunakan generator hidrida <i>atomic absorption spectroscopy</i> (AAS)	8
6	Skema tahapan-tahapan penelitian	11
7	Larutan kalium iodida (A), larutan kalium iodida + asam askorbat (B), dan larutan asam askorbat baru dibuat (C)	23
8	Larutan kalium iodida (a), larutan kalium iodida + asam askorbat (b), dan larutan asam askorbat (c) setelah didiamkan 36 jam	23
9	Pengaruh pelepasan gas pada sinyal Sn	25
10	Kurva linearitas analisis arsen dengan reduktan kalium iodida (KI) + asam askorbat	26

DAFTAR LAMPIRAN

1	Perhitungan pembuatan larutan	45
2	Perhitungan parameter batas deteksi dan batas kuantifikasi	46
3	Perhitungan keseksamaan	47
4	Perhitungan kecermatan	48
5	Perhitungan selektivitas	49

Perhitungan ketangguhan	50
Perhitungan kekuatan	51

DAFTAR REAKSI

Perubahan arsen (V) menjadi arsen (III)	22
Pembentukan senyawa asam dehidroaskorbat ($C_6H_6O_6$)	22
Pembentukan hidrogen dari natrium borohidrida ($NaBH_4$)	24
Pembentukan senyawa arsen hidrida (AsH_3)	24
Atomisasi senyawa arsen hidrida (AsH_3)	24
Pembentukan natrium aluminat ($NaAl(OH)_4$)	32
Pembentukan senyawa aluminat ($Al(OH)_3$)	32