

VALIDASI METODE DAN ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN ANALISIS KADAR ZINK DALAM KONSENTRAT ZnS MENGGUNAKAN ICP-OES

RAHMAT SIDIQ SURYAKUSUMA



**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 LAPORAN PROYEK TUGAS AKHIR DAN SUMBER INFORMASI SERTA PELAMPIRAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa laporan proyek tugas akhir dengan judul “Validasi Metode dan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Analisis Kadar Zink dalam Konsentrat ZnS menggunakan ICP-OES” 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 akhir ini.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta dari tugas akhir saya kepada Institut Pertanian Bogor.

Bogor, Agustus 2025

Rahmat Sidiq Suryakusuma
J0312211156

- 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 mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



@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

RAHMAT SIDIQ SURYAKUSUMA. Validasi Metode dan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Analisis Kadar Zink dalam Konsentrat ZnS Menggunakan ICP-OES. Dibimbing oleh FARIDA LAILA dan RISKA DIAFERINA

Konsentrat zink sulfida (ZnS) merupakan hasil dari flotasi dengan bahan baku mineral bijih sulfida. ZnS digunakan untuk industri otomotif, konstruksi, dan baterai ringan. Kadar minimum zink dalam konsentrat ZnS yang dipersyaratkan berdasarkan Keputusan Menteri Perdagangan Republik Indonesia adalah $\geq 51\%$. Kadar Zn dianalisis menggunakan instrumen ICP-OES yang memiliki kelebihan sensitivitas tinggi, selektivitas yang baik, serta rentang dinamis yang luas. Metode ini perlu divalidasi dan ditentukan ketidakpastiannya agar memberikan data yang valid dan dapat dipercaya untuk penentuan kadar zink sebagai persyaratan ekspor. Parameter validasi metode meliputi linearitas, batas deteksi, batas kuantitasi, akurasi, presisi diperoleh hasil secara berturut-turut (r) = 0,9998; 1,9614 mg/L; 6,5381 mg/L; 99,85%; dan 0,58%; Uji ketahanan dan ketangguhan menggunakan uji t tidak memberikan hasil yang berbeda nyata, serta ketidakpastian pengukuran sebesar 1,45%. Penentuan kadar zink dalam konsentrat ZnS menghasilkan data yang valid dan rentang ketidakpastian yang dapat dipercaya sehingga dapat digunakan sebagai metode penentuan kadar zink untuk ekspor

Kata kunci: ICP-OES, ketidakpastian pengukuran, konsentrat zink, validasi metode, zink

ABSTRACT

RAHMAT SIDIQ SURYAKUSUMA. Validation Method for and Measurement Uncertainty Estimation for Zink Content Analysis in ZnS Concentrate by ICP-OES. Supervised by FARIDA LAILA and RISKA DIAFERINA.

Zinc sulfide concentrate (ZnS) is a flotation product derived from sulfide ore minerals. It is widely used in the automotive, construction, marine, and lightweight battery industries. According to the Decree of the Minister of Trade of the Republic of Indonesia, the minimum zinc content required in ZnS concentrate is $\geq 51\%$. The zinc content was analyzed using Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES), which offered high sensitivity, good selectivity, and a wide dynamic range. The method was validated and uncertainty to ensure that it provided accurate and reliable data for determining zinc content in compliance with export regulations. Validation parameters included linearity, limit of detection (LOD), limit of quantification (LOQ), accuracy, and precision, with the following results obtained: (r) = 0.9998; 1.9614 mg/L; 6.5381 mg/L; 99.85%; and 0.58%, respectively. Robustness and ruggedness were evaluated using the t-test, which indicated no significant differences, and the measurement uncertainty was determined to be 1.45%. The results confirmed that the method provided valid data and a reliable range of uncertainty, was suitable for determining zinc content in ZnS concentrate for export purposes.

Keywords: ICP-OES, measurement uncertainty, method validation, zinc, zinc concentrate



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 DAN ESTIMASI KETIDAKPASTIAN PENGUKURAN ANALISIS KADAR ZINK DALAM KONSENTRAT ZnS MENGGUNAKAN ICP-OES

RAHMAT SIDIQ SURYAKUSUMA

Laporan Proyek 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 Laporan : Validasi Metode dan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran
Proyek Tugas Akhir : Analisis Kadar Zink dalam Konsentrat ZnS Menggunakan ICP-OES
Nama : Rahmat Sidiq Suryakusuma
NIM : J0312211156

@Hak cipta milik IPB University

Disetujui oleh

Pembimbing 1:
Dr. Farida Laila, S.Si., M.Si.
NIP. 197611032014092002

Diketahui oleh,

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

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

Tanggal Ujian : 25 Juli 2025

Tanggal Lulus:



@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 dan syukur penulis panjatkan kepada Allah subhanaahu wa ta'ala atas segala karunia-Nya sehingga proyek tugas akhir ini berhasil diselesaikan. Tema yang dipilih dalam penelitian yang dilaksanakan sejak bulan Januari 2025 sampai bulan Juni 2024 ini ialah validasi metode dengan judul “Validasi Metode dan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Analisis Kadar Zink dalam Konsentrat ZnS menggunakan ICP-OES”.

Terima kasih penulis ucapkan kepada pembimbing, Dr. Farida Laila S.Si, M.Si. dan Riska Diaferina, S.Farm. yang telah membimbing dan banyak memberi saran. Ucapan terima kasih juga penulis sampaikan kepada Mohamad Saptari selaku kepala balai beserta seluruh staf Laboratorium Bea dan Cukai Kelas I Jakarta yang telah membantu selama pengumpulan data. Ungkapan terima kasih juga disampaikan kepada Bapak Jaka Purwanto, Ibu Siti Nurbaeti selaku kedua orang tua yang telah memberikan dukungan, doa, dan kasih sayangnya, serta Rizka Septiana Suryandari selaku kakak dan Aisyah Nurfauziah Suryaratna selaku adik yang selalu siap mendengarkan cerita penulis. Penulis juga ucapkan kepada rekan-rekan mahasiswa Analisis Kimia angkatan 58 yaitu kepada Tivani Rinjani, Mohamad Fadhlurrahman, dan Najwa Sabila Attamimi yang turut memberi bantuan secara fisik maupun moral selama proses pembuatan laporan ini serta telah memberikan dukungan, doa dan bantuan untuk kelancaran proses pembuatan laporan akhir ini. Semoga karya ilmiah ini bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan dan bagi kemajuan ilmu pengetahuan.

Bogor, Agustus 2025

Rahmat Sidiq Suryakusuma



@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.

DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR REAKSI	xi
DAFTAR PERSAMAAN	xi
I PENDAHULUAN	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	2
1.4 Manfaat	2
1.5 Ruang lingkup	2
1.6 Hipotesis	3
II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Zink	4
2.2 Konsentrat Mineral Zink Sulfida	4
2.3 Teknik Analisis Zink dengan ICP-OES	5
2.4 Validasi Metode	6
2.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	9
III METODE	10
3.1 Waktu dan Tempat	10
3.2 Alat dan Bahan	10
3.3 Prosedur Kerja	10
3.4 Analisis Data	15
IV HASIL DAN PEMBAHASAN	16
4.1. Hasil Linearitas Metode Analisis Zink dalam Konsentrat ZnS	16
4.2. Hasil BD dan BK Metode Analisis Zink dalam Konsentrat ZnS	17
4.3. Hasil Uji Akurasi Metode Analisis Zink dalam Konsentrat ZnS	18
4.4. Hasil Uji Presisi Metode Analisis Zink dalam Konsentrat ZnS	19
4.5. Hasil Uji Ketahanan Metode Analisis Zink dalam Konsentrat ZnS	21
4.6. Hasil Uji Ketangguhan Metode Analisis Zink dalam Konsentrat ZnS	22
4.7. Hasil Ketidakpastian Pengukuran Zink dalam Konsentrat ZnS	22
4.8. Rangkuman Hasil Validasi Metode dan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Analisis Kadar Zink dalam Konsentrat ZnS	24
V SIMPULAN DAN SARAN	26
5.1 Simpulan	26
5.2 Saran	26
DAFTAR PUSTAKA	27
LAMPIRAN	32
RIWAYAT HIDUP	42



DAFTAR TABEL

3.1	Parameter instrumen ICP-OES	11
4.1	Hasil pengujian BD dan BK metode analisis Zn dengan ICP-OES	17
4.2	Hasil pengujian akurasi metode analisis Zn dengan ICP-OES	18
4.3	Hasil uji presisi metode analisis Zn dengan ICP-OES	19
4.4	Hasil uji normalitas data untuk pengujian ketahanan	21
4.5	Hasil uji normalitas data untuk pengujian ketangguhan	22
4.6	Hasil validasi metode penentuan kadar zink menggunakan ICP-OES	25

DAFTAR GAMBAR

2. 1	Skema instrumentasi ICP-OES	5
4. 1	Hasil pengujian linieritas metode analisis Zn dengan ICP-OES	16
4. 2	Diagram tingkat energi zink dan transisinya	20
4. 3	Diagram tulang ikan analisis kadar zink dengan ICP-OES	23
4. 4	Ketidakpastian relatif yang berkontribusi sebagai sumber kesalahan	23

DAFTAR LAMPIRAN

1	Lampiran 1 Hasil data perhitungan linearitas standar logam zink (Zn)	33
2	Lampiran 2 Perhitungan BD dan BK analisis zink dalam konsentrat ZnS	33
3	Lampiran 3 Perhitungan hasil akurasi analisis zink dalam konsentrat ZnS	34
4	Lampiran 4 Hasil perhitungan presisi analisis zink dalam konsentrat ZnS	35
5	Lampiran 5 Perhitungan ketahanan analisis zink dalam konsentrat ZnS	36
6	Lampiran 6 Perhitungan ketangguhan analisis zink dalam konsentrat ZnS	37
7	Lampiran 7 Perhitungan hasil estimasi ketidakpastian pengukuran	38

DAFTAR REAKSI

1	Reaksi destruksi logam dengan asam nitrat	20
2	Reaksi destruksi zink dengan asam nitrat	20

DAFTAR PERSAMAAN

1	Perhitungan BD	12
2	Perhitungan BK	13
3	Perhitungan ketidakpastian baku asal berat sampel	13
4	Perhitungan ketidakpastian baku gabungan asal berat sampel	13
5	Perhitungan residual standar deviasi garis (Sy/x)	13
6	Perhitungan Sx	13
7	Perhitungan ketidakpastian baku asal presisi	14
8	Perhitungan ketidakpastian baku asal akurasi	14
9	Perhitungan ketidakpastian baku asal labu ukur 250 mL	14
10	Perhitungan ketidakpastian gabungan asal labu ukur	14
11	Perhitungan ketidakpastian labu ukur berdasarkan efek suhu	14
12	Perhitungan ketidakpastian baku asal faktor pengenceran	15
13	Perhitungan ketidakpastian gabungan relatif	15
14	Perhitungan ketidakpastian gabungan	15
15	Perhitungan ketidakpastian diperluas	15