

VALIDASI METODE UJI ARSEN MENGGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA EMISSION SPECTROMETRY (ICPE) 9000*

Ni Nyoman Trisnawati*, I Gst. Ayu Kunti Sri Panca Dewi,
Putu Primantari Vikana Suari, Ni Putu Ayu Krismayanti
Laboratorium Analitik, UPT.Laboratorium Terpadu Universitas Udayana,
Badung, Bali, Indonesia, 80361
*trisna68@gmail.com

ABSTRAK: Laboratorium Analitik merupakan laboratorium pendidikan yang berfungsi sebagai penunjang kegiatan Tri Dharma Perguruan Tinggi, yaitu memberikan praktikum kepada mahasiswa, praktek kerja lapangan, membantu uji kimia dalam penelitian mahasiswa dan dosen, serta melayani masyarakat untuk uji kimia dan fisika. Salah satu parameter yang di uji oleh pelanggan adalah Logam Arsen (As). Logam tersebut merupakan salah satu logam yang sangat berbahaya dan beracun sehingga sangat membahayakan kesehatan. Oleh karena itu, logam tersebut diuji menggunakan instrumentasi ICPE 9000 dengan larutan standar Arsen (As) Fixanal. Larutan standar tersebut belum CRM sehingga perlu dilakukan validasi standar. Validasi standar digunakan untuk membuktikan bahwa larutan standar yang digunakan dalam metode uji memenuhi persyaratan sehingga diperoleh data yang akurat dan dapat dipercaya. Adapun manfaat dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan larutan standar Arsen yang telah tervalidasi. Metode validasi yang digunakan dalam penelitian ini terbagi menjadi 5 metode yaitu uji presisi, akurasi, LOD, LOQ, dan linieritas. Hasil yang diperoleh pada penelitian ini adalah nilai r sebesar 0,9982, nilai LOD dan LOQ sebesar 0,06 mg/L dan 0,2 mg/L, dan sudah terkonfirmasi, hasil uji akurasi termasuk dalam rentang yang ditetapkan yakni 90 - 110%, hasil uji presisi memiliki nilai $\% \text{RSD} < 2/3 \text{ CV Horwitz}$. Hasil yang diperoleh sudah memenuhi persyaratan sehingga larutan stok standar arsen fixanal sudah valid sebagai standar untuk digunakan dalam metode uji.

Kata kunci: larutan standar Arsen; validasi metode; ICPE 9000

ABSTRACT: The Analytical Laboratory of Udayana University is Laboratory work follows the three responsibilities of Higher Education in Indonesia, namely teaching, research and social service. The laboratory serves academic staffs, students of Udayana University and clients outside Udayana University in the area of chemical and physical analysis, research and training. One of the parameter that often tested in this laboratory by academic staffs, students and other clients is Arsenic (As). This metal is one of the most dangerous and toxic metals, because it is very dangerous to health. Therefore, the metal was tested using ICPE 9000 (Inductively Coupled Plasma Emission). Certified standard solutions are usually used to calibrate the instrument but we have standard solution of uncertified arsenic. Because of that, the standard solution with a arsenic standard solution of fixanal have to validated to obtain valid and reliable result. Validation methods in this study consisted of 5 tests namely precision, accuracy, LOD, LOQ and Linearty tests. The results of the five tests were: r value was 0,9982; the value of LOD and LOQ were 0,06 mg/L and 0,20 mg/L respectively and they were already confirmed: result of accuracy was in the range of 90-110 %. Result of precision test was $\% \text{RSD} < 2/3 \text{ CV Hortwitz}$. From the above results it could be concluded that the standard solutions of arsenic that made from fixanal arsenic solution were valid and could be used for arsenic analysis with a reliable result and was valid to use in determination of arsenic (As).

Keywords: Arsenic standard solution; method validation; ICPE 9000

1. PENDAHULUAN

Laboratorium Analitik merupakan laboratorium pendidikan yang berada dibawah rektor dan berfungsi sebagai penunjang Tri Dharma Perguruan Tinggi khususnya bidang penelitian. Laboratorium Analitik membantu penelitian mahasiswa baik S1, S2, S3, Dosen dan melayani masyarakat dalam uji kimia bahan seperti: air, limbah, makanan, kompos, tanah, tanaman, lumpur, dll. Untuk mendapatkan data hasil uji yang akurat dan dapat dipercaya demi kepuasan pelanggan, maka kita harus memberikan pelayanan secara prima yaitu efektif dan efisien dengan data yang akurat. Oleh karena itu, diperlukan SDM yang kompeten dan metode uji yang valid.

Salah satu parameter uji yang dilakukan di Laboratorium Analitik adalah uji logam Arsen (As) dengan alat ICPE 9000. Arsen termasuk salah satu logam yang sangat berbahaya dan beracun [1]. Arsen (As) dapat menyebabkan kelelahan, gugup iritabilitas, sakit kepala berat, insomnia, kehilangan ingatan dan kanker. Arsen dapat dengan mudah mengendap di dasar perairan dan terakumulasi di sedimen. Umumnya Arsen (As) masuk ke perairan sungai dengan densitas yang tinggi. Mengingat bahaya arsen yang cukup tinggi di lingkungan, maka perlu dilakukan penentuan kandungan logam Arsen oleh mahasiswa, dosen dan masyarakat.

Penentuan logam Arsen (As) dapat dilakukan menggunakan instrumen *inducted couple plasma emission* (ICPE) dengan larutan standar Arsen (As). Larutan standar Arsen(As) yang digunakan di Laboratrium Analitik Universitas Udayana belum baku sehingga perlu dilakukan validasi larutan standar terlebih dahulu. Validasi larutan standar digunakan untuk membuktikan bahwa larutan standar yang digunakan dalam suatu penelitian memenuhi persyaratan SNI sehingga dapat dinyatakan bahwa data yang diperoleh selama penelitian merupakan hasil yang baik dan dapat dipercaya [2]. Hal ini sesuai

dengan sistem manajemen mutu standar Indonesia 17025 (SNI-17025) tahun 2005 yang mengharuskan laboratorium pengujian dalam menganalisis bahan menggunakan metode pengukuran yang valid. Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini akan dilakukan validasi larutan standar Arsen menggunakan ICPE 9000 yang ada di UPT. Laboratorium Analitik Universitas Udayana.

2. PERCOBAAN

2.1 Bahan dan Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, gelas beker, labu ukur, pipet volume, pipet tetes, *ball filler*, spatula, batang pengaduk, botol, tabung sampel, alat instrumen yakni ICPE-9000 *Shimadzu*. Bahan kimia yang diperlukan untuk penelitian ini adalah larutan induk Arsen fixanal dan akuades.

2.2 Metode

Pembuatan Larutan Standar As

Larutan induk Arsen(As) 1000 mg/L diencerkan menjadi konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8 dan 1,0 mg/L. Pembuatan larutan standar menjadi konsentrasi yang rendah harus secara bertahap. Larutan induk harus diencerkan terlebih dahulu menjadi 100 mg/L, kemudian 10 mg/L, lalu 1,0 mg/L, dan diencerkan menjadi konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 dan 0,8 mg/L. Larutan standar dibuat sebanyak 8 kali untuk tiap konsentrasi.

Pengujian Larutan Standar Arsen (As)

Larutan standar dibaca dengan ICPE 9000. Persamaan regresi linier masing-masing standar selanjutnya ditentukan dan data yang diperoleh digunakan untuk menentukan uji validasi metode.

Analisis Data

Data yang diperoleh akan diolah melalui proses seleksi data dan data akhir akan digunakan untuk menghitung presisi, akurasi, LOD, LOQ, dan linieritas.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji Linieritas

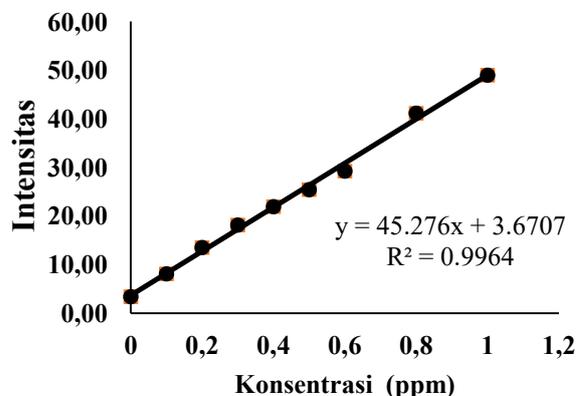
Linieritas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel [2]. Penentuan linieritas ditentukan untuk mengetahui kemampuan suatu metode analisis dalam memperoleh hasil yang sesuai terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linieritas pengukuran diperoleh dengan mengukur intensitas larutan standar Arsen dengan variasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8 dan 1,0 mg/L menggunakan ICPE. Tujuan dilakukan pengukuran ini adalah untuk memperoleh persamaan garis regresi dari kurva kalibrasi yang dibuat. Uji linieritas dinyatakan sebagai koefisien korelasi (r) [2]. Hasil pengukuran larutan standar pada uji linieritas dinyatakan dalam bentuk kurva kalibrasi yang dapat dilihat pada Gambar 1.

Berdasarkan Gambar 1. dapat diketahui persamaan regresi yang diperoleh adalah $y = 45,276x + 3,6707$ dengan nilai regresi $R^2 = 0,9964$ dan $r = 0,9982$. Persyaratan nilai koefisien korelasi (r) yakni harus lebih besar dari 0,995. Nilai r yang diperoleh sebesar 0,9982 yang menyatakan bahwa hasil data linieritas dinyatakan valid dan terdapat korelasi antara konsentrasi dan intensitas.

Uji LOD dan LOQ

Batas deteksi (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantitasi (LOQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama [2]. Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis

linier $y = bx + a$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual (Sy/x) [2].



Gambar 1. Kurva kalibrasi larutan standar As

Diperoleh nilai LOD sebesar 0,06 mg/L dan LOQ sebesar 0,20 mg/L. Nilai ini menunjukkan jumlah analit yang masih dapat terukur oleh ICPE. Konsentrasi Arsen (As) dalam analit dapat dipercaya sebagai sinyal alat terhadap analit apabila konsentrasinya lebih besar dari limit deteksi yaitu 0,06 mg/L. Apabila konsentrasi analit kurang dari 0,06 mg/L atau dapat dikatakan dibawah nilai LOD, maka sinyal yang ditangkap oleh alat adalah sepenuhnya noise, sehingga sinyal yang diperoleh tidak dapat dipercaya. Sementara itu, nilai limit kuantitasi diperoleh sebesar 0,20 mg/L yang menunjukkan konsentrasi analit terendah yang terkuantitasi, dimana nilai dari limit kuantitasi menentukan batas rentang kerja yang harus dicapai dalam suatu pengukuran.

LOD dan LOQ yang diperoleh selanjutnya dievaluasi dengan membuat larutan standar Arsen (As) konsentrasi 0,06 dan 0,2 masing-masing sebanyak 7 kali dan dibaca pada alat. Larutan standar Arsen (As) konsentrasi 0,06 mg/L diperoleh data 0,0376; 0,0206; 0,0203; 0,0335; 0,0178; 0,0378; 0,035 mg/L dan untuk konsentrasi 0,20 mg/L diperoleh data 0,233; 0,103;

Tabel 1. Hasil Uji Akurasi dan Uji Presisi dari Metode

Konsentrasi Larutan Standar (mg/L)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,8	1,0
% Recovery	97,10	108,40	106,33	100,63	95,96	94,01	103,42	100,00
% RSD	1,37	0,16	0,82	0,82	1,79	1,55	1,29	0,89
2/3 CV Horwitz	15,15	13,43	12,67	12,23	11,91	11,63	10,98	10,67

0,214; 0,112; 0,125; 0,151; 0,145 mg/L. Dengan tidak ada hasil yang tak terbaca, maka LOD dan LOQ teoritis terkonfirmasi valid dan dapat diterima.

Uji Akurasi

Kecermatan (Akurasi) adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (recovery) analit yang ditambahkan [2]. Nilai % Recovery dapat dilihat pada Tabel 1.

Hasil akurasi dinyatakan baik apabila diperoleh nilai dengan rentang 90 - 110%. Pada penelitian ini hasil uji akurasi sudah masuk dalam rentang yang ditetapkan, sehingga data dapat dinyatakan akurat dan valid.

Uji Presisi

Presisi adalah ukuran yang 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 homogen [2]. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variansi). Presisi dapat dikatakan pula ukuran kedekatan hasil analisis yang diperoleh dari serangkaian pengukuran ulang dari ukuran yang sama. Hal ini dapat digunakan untuk mencerminkan kesalahan acak yang terjadi dalam suatu metode. Kesalahan acak yang dilakukan dalam laboratorium sangat susah

untuk dihindari, hal ini dikarenakan banyak berhubungan dengan instrument ukur, peralatan contoh yang diukur, prosedur, dan lingkungan sekitar. % RSD yang diperoleh pada penelitian ini dapat dilihat pada Tabel 1.

Uji presisi yang dianggap baik apabila % RSD yang diperoleh masuk dalam batas kriteria keberterimaan yaitu % RSD < 2/3 CV Horwitz [3]. Berdasarkan hasil analisis uji presisi. diketahui bahwa % RSD metode sudah memenuhi kriteria keberterimaan yaitu memiliki nilai % RSD < 2/3 CV Horwitz, sehingga data dapat dinyatakan presisi dan valid.

4. KESIMPULAN

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini yakni diperoleh nilai r sebesar 0,9982, nilai LOD dan LOQ sebesar 0,06 mg/L dan 0,20 mg/L, dan sudah terkonfirmasi, hasil uji akurasi termasuk dalam rentang yang ditetapkan yakni 90 - 110%, hasil uji presisi memiliki nilai % RSD < 2/3 CV Horwitz. Hasil yang diperoleh sudah memenuhi persyaratan sehingga larutan stok standar Arsen (As) fixanal sudah valid sebagai standar untuk digunakan dalam metode uji sehingga data dapat dinyatakan presisi, valid, dapat dipercaya dan dapat dipertanggungjawabkan.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih peneliti sampaikan kepada LPPM UNUD yang telah memberikan Hibah Pranata Laboratorium Pendidikan dari dana DIPA PNPB

Universitas Udayana TA-2021, sesuai dengan Surat Perjanjian Penugasan Pelaksanaan Penelitian Nomor : B/96-123/UN14.4.A/PT.01.05/2021, Tanggal 3 Mei 2021.

6. REFERENSI

- [1] Ha, D. Song, I., Jang, G., Lee, E. K., Shin, J. Y. 2017. Use pattern and predictors of use of highly caffeinated energy drinks among South Korean adolescents: a study using the Health Belief Model, *BMJ Open*, 7(9), 1-8. doi: 10.1136/bmjopen-2017-017224.
- [2] Harmita, Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Pharmaceutival Sciences & Research*, 1(3), 117–135, doi: 10.7454/psr.v1i3.3375.
- [3] Aradea, A. "Your Reliable Partner for a Accredited Lab". Semarang: PT. Merck Tbk, 2014.