

150
F 3101
300
P

T E S I S

**PENENTUAN LAS (LINEAR ALKYL BENZENE SULFONATE)
DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS
CARA DERIVATIF MODERN (ΔA AVERAGE MEASUREMENT)**



AZIDI IRWAN

**PROGRAM PASCASARJANA
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA
2000**

**PENENTUAN LAS (*LINEAR ALKYL*BENZENE SULFONATE)
DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS
CARA DERIVATIF MODERN (ΔA AVERAGE MEASUREMENT)**



TESIS

Untuk memperoleh Gelar Magister
dalam Program Studi Ilmu Farmasi
pada Program Pascasarjana Universitas Airlangga

Oleh :

AZIDI IRWAN
NIM 099813063/M

**PROGRAM PASCARJANA
UNIVERSITAS AIRLANGGA
SURABAYA**

Tanggal 22 Agustus 2000

Lembar Pengesahan

**TESIS INI TELAH DISETUJUI
TANGGAL 5 September 2000**

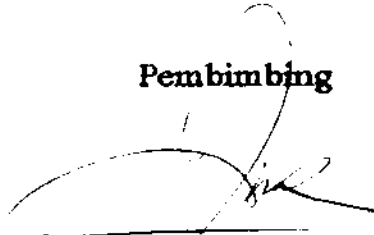
Oleh

Pembimbing Ketua



**Prof. Dr. H. Muhammad Mulja, Apt
NIP. 130 675 596**

Pembimbing



**Dr. H. Achmad Syahrani, Apt., MS
NIP. 130 809 077**

Mengetahui

**Ketua Program Studi Ilmu Farmasi
Program Pascasarjana Universitas Airlangga**



**Dr. Widji Soeratri, Apt., DEA
NIP. 130 611 501**

Telah diuji pada
Tanggal 22 Agustus 2000

PANITIA PENGUJI TESIS

Ketua : Dr. Purwanto, Apt

Anggota : 1. Prof. Dr. H. Muhammad Mulja, Apt

2. Dr. H. Achmad Syahrani, Apt., MS

3. Drs. H. Harjana, Apt., MSc

4. Dr. rer. nat. H. Mochammad Yuwono, Apt., MS

UCAPAN TERIMA KASIH

Pertama-tama saya panjatkan puji syukur ke hadirat Allah SWT atas segala taufik dan hidayahNya sehingga tesis ini dapat diselesaikan.

Terima kasih tidak terhingga dan penghargaan yang setinggi-tingginya saya ucapkan kepada Prof. Dr. H. Muhammad Mulja, Apt, selaku Pembimbing Ketua dan dosen pengajar yang dengan penuh perhatian telah memberikan bekal ilmu, dorongan, bimbingan, dan saran sejak dari bangku kuliah, awal pembuatan usulan penelitian, penelitian hingga penulisan tesis ini. Ucapan terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya juga saya sampaikan kepada Dr. H. Achmad Syahrani, Apt., MS, sebagai Pembimbing atas dorongan, bimbingan dan saran yang sangat berharga dalam pelaksanaan tugas akhir ini.

Saya ucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada Pemerintah Republik Indonesia dalam hal ini Menteri Pendidikan dan Kebudayaan (sekarang Kementerian Pendidikan Nasional) melalui Beasiswa Program Pascasarjana yang memberikan bantuan finansial, sehingga meringankan beban saya dalam menempuh pendidikan Program Magister ini.

Dengan selesainya tesis ini, perkenankan pula saya mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

- Rektor Universitas Lambung Mangkurat Prof. Drs. H. Alfian Noor dan Dekan Fakultas Teknik Universitas Lambung Mangkurat Ir. H. Zain Hernady Arifin selaku pimpinan di Instansi tempat saya bekerja atas izin yang diberikan untuk mengikuti Pendidikan Program Magister pada Program Pascasarjana Universitas Airlangga di Surabaya tahun ajaran 1998/1999.

- Rektor Universitas Airlangga Prof. H. Soedarto, dr, DTMH, PhD atas kesempatan dan fasilitas yang diberikan kepada saya untuk mengikuti dan menyelesaikan pendidikan Program Magister.
- Direktur Program Pascasarjana Universitas Airlangga Prof. Dr. H. Soedijono, dr atas kesempatan untuk menjadi peserta Program Magister pada Program Pascasarjana Universitas Airlangga.
- Dekan Fakultas Farmasi Universitas Airlangga Dr. H. Fasich, Apt atas izin penggunaan Laboratorium Analisis Farmasi dan Laboratorium Instrumental dalam rangka pelaksanaan penelitian saya.
- Ketua Program Studi Ilmu Farmasi Dr. Widji Soeratri, Apt., DEA atas segala arahan yang diberikan.
- Direktur Utama Perusahaan Daerah Air Minum Kotamadya Surabaya Ir. Hoesodo atas perkenannya untuk pengambilan sampel air yang digunakan dalam penelitian ini.
- Seluruh Dosen-Dosen Mata Kuliah pada Program Studi Ilmu Farmasi yang telah memberikan bekal ilmu sehingga mempermudah saya dalam penyelesaian pendidikan Program Magister di Program Pascasarjana Universitas Airlangga
- Isteriku Dra. Hj. Murni dan puteriku Hamdiah yang telah sekuat tenaga membantu dan menemani saya selama pendidikan Program Magister ini. Terima kasih atas pengorbanan dan keikhlasannya dalam mendukung saya.
- Serta rekan-rekan Program Magister angkatan 1998/1999 Minat Studi Kimia Farmasi: Drs. Muhadi, Dra. Dedek Sukarianingsih, Drs. Dermawan Afandy, Ir. Endah Mutiara Marhaeni Putri, Drs. Sugeng Wijono, Apt., dan Irma Kartika Kusumaningrum, S.Si.

Akhirnya kepada mereka saya memohon doa kepada Allah SWT agar segala kebaikan yang telah diberikan mendapat ganjaran pahala yang besar dan segala amal ibadahnya diterima, amin.

RINGKASAN

Surfaktan adalah komponen utama dalam deterjen komersial. Salah satu jenis surfaktan yang banyak dipakai saat ini adalah *Linear Alkylbenzene Sulfonate* (LAS), yang tergolong surfaktan anionik. Surfaktan ini dipilih karena mudah terdegradasi secara alami dalam lingkungan. Pada metode Methylene Blue, salah satu metode analisis deterjen, LAS digunakan sebagai standar untuk menentukan konsentrasi deterjen dalam contoh secara kolorimetrik pada panjang gelombang 652 nm. Kelemahan pada metode ini umumnya adalah kesalahan positif pada hasil analisis. Hal ini disebabkan oleh anion-anion pengganggu yang terdapat dalam contoh.

Penelitian ini merupakan suatu usaha untuk mencari alternatif cara penentuan LAS yang lebih baik dan dapat mengatasi pengganggu yang terdapat dalam contoh deterjen. Tetap dengan metode Methylene Blue dalam hal ini yang dikembangkan adalah cara mengukur, yaitu dengan derivatif modern (*ΔA Average Measurement*) dengan instrument Spektrofotometer UV-Vis. Di samping itu juga dicoba secara bersamaan pengukuran dengan tiga panjang gelombang 642-652-662 nm dan 644-654-664 nm.

Pada cara *ΔA Average Measurement* pengukuran dilakukan dengan menentukan rentang panjang gelombang pengukuran, dinotasikan sebagai Avg: $L_1 \rightarrow L_2$. Berdasarkan pada spektrum derivatif pertamanya, telah diperoleh 26 rentang panjang gelombang pengukuran. Selain itu dari spektrum basal diperoleh panjang gelombang dengan serapan tertinggi pada $\lambda = 654$ nm yang diteliti pula dalam pengukuran LAS.

Penelitian dilakukan pada contoh air yang ditambahkan standar LAS, kemudian dilihat validitas hasil analisisnya yaitu linearitas, IDR, akurasi dan presisinya. Selanjutnya dilakukan penerapan metode pada contoh air minum PDAM dan air sungai. Sementara selektifitas metode diamati pada contoh dengan interferensi anion SCN^- dan contoh dengan interferensi anion NO_3^- .

Hasil penelitian menunjukkan bahwa rentang panjang gelombang 620-626 nm, 638-646 nm dan tiga panjang gelombang 642-652-662 nm memberikan validitas terbaik di antara pengukuran yang dilakukan. Tetapi pengukuran rentang panjang gelombang 620-626 nm, 638-646 nm lebih baik daripada tiga panjang gelombang 642-652-662 nm. Di mana berturut-turut memberikan % recovery 100,99%, 99,60%, dan 90,87%.

Hasil penerapan metode pada contoh air minum, derivatif modern menunjukkan akurasi yang lebih baik. Recovery rata-rata masing-masing untuk rentang 620-626 nm dan 638-646 nm adalah 98,83%, dan 100,04%, sedangkan dengan tiga panjang gelombang 102,96%. Pada contoh air sungai diperoleh hasil recovery lebih rendah, masing-

masing 91,97%, 95,94%, dan 94,96%. Untuk interferensi anion SCN⁻ dalam contoh terjadi penurunan recovery yang besar, yaitu dari 155% menjadi 100,06%-105,06%, untuk anion NO₃⁻ terjadi penurunan dari 111% menjadi 90,83%-92,92%. Sementara pengukuran dengan tiga panjang gelombang pada λ 642-652-662 nm diperoleh recovery dengan interferensi anion SCN⁻ sebesar 106,19% dan dengan interferensi anion NO₃⁻ sebesar 95,57%.

Disarankan untuk menerapkan cara pengukuran ini pada contoh dengan jenis interferensi yang lebih banyak.

ABSTRACT

UV-Vis Spectrophotometric method by ΔA Average Measurement had been studied in the determination of Linear Alkylbenzene Sulfonate (LAS). The aims of this research were to get a better determination method with high validity and to eliminate or suppress interferences encountered in the determination of ionic detergents. All of the samples were determined by Methylene Blue Method.

Measuring by ΔA Average Measurement was employed on the first derivative of LAS standard basic spectrum. Based on the first derivative spectrum, it has found 26 wavelength ranges for measuring. The results of these studies were compared to the absorbance measurement on the individual basic spectrum at λ 652 nm and 654 nm, and compared to ΔA measurement by the three point method at λ 642-652-662 nm and at λ 644-654-664 nm.

The results of the studies showed that determination of LAS at 620-626 nm and 638-646 nm wavelength ranges and by the three point method at λ 642-652-662 nm gave the best validities compared to the others. The mean values of recoveries were 100.99%, 99.60%, and 90.87%, respectively. The mean values of coefficient of variations (CV) were 1.73%, 1.02%, and 0.64%, respectively.

These selected methods were then applied to estimate the concentration of LAS in drinking water, river water, and samples with thiocyanate and nitrate interferences. The best results were showed by 620-626 nm and 638-646 nm ranges measurement. All of the estimations gave good precisions (CV < 2%). While, recoveries of LAS added to drinking water were more accurate than the others. Interferences from thiocyanate and nitrate ions were reduced greatly.

Key Words : ΔA Average measurement, detergent, LAS, derivative.

DAFTAR ISI

	Halaman
Sampul Depan	i
Sampul Dalam	ii
Prasyarat Gelar	iii
Persetujuan	iv
Penetapan Panitia	v
Ucapan terima kasih	vi
Ringkasan	viii
Abstrak	x
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.3.1 Tujuan umum	6
1.3.2 Tujuan khusus	7
1.4 Manfaat Penelitian	7
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Tinjauan Tentang Deterjen	8
2.1.1 Komposisi deterjen	8
2.1.2 Sifat fisika dan kimia surfaktan	8
2.2 Biru Metilena Sebagai Pewarna LAS	10
2.3 Tinjauan Tentang Spektrofotometri	11
2.3.1 Cara pengamatan tiga panjang gelombang	14
2.3.2 Cara derivatif spektrum	17
2.4 Validasi Metode	19
2.4.1 Linearitas	20
2.4.2 Spesifisitas	21
2.4.3 Akurasi	22
2.4.4 Presisi	23
2.4.5 Instrumental Dynamic Range (IDR)	23
2.4.6 Limit of Detection dan Limit of Quantitation	24
BAB 3 KERANGKA KONSEPTUAL DAN HIPOTESIS PENELITIAN	26
3.1 Kerangka Konseptual Penelitian	26
3.2 Hipotesis Penelitian	31
BAB 4 METODE PENELITIAN	32
4.1 Bahan dan Alat	32
4.1.1 Bahan	32
4.1.2 Alat	32

4.2 Lokasi dan Waktu Penelitian	32
4.3 Pembuatan Larutan Baku LAS	33
4.4 Penentuan Parameter Validasi	33
4.4.1 Penentuan linearitas	33
4.4.2 Penentuan IDR	35
4.4.3 Penentuan Akurasi dan Presisi	36
4.5 Penentuan Konsentrasi LAS dalam Contoh	37
4.6 Pengamatan Selektifitas	38
BAB 5 ANALISIS HASIL PENELITIAN	40
5.1 Data Linearitas	40
5.1.1 Penetapan Linearitas Pada Spektrum Derivatif	41
5.1.2 Penetapan Linearitas Pada Spektrum Basal Dengan Satu Panjang Gelombang dan Tiga Panjang Gelombang	56
5.2 Pengamatan IDR	59
5.3 Penentuan Akurasi dan Presisi	66
5.4 Hasil Penentuan Konsentrasi LAS dalam Contoh dan dan Selektifitas	70
BAB 6 PEMBAHASAN	77
6.1 Prinsip ΔA Average Measurement	77
6.2 Serapan LAS	80
6.3 Serapan Methylene Blue	82
6.4 Serapan Kompleks MBAS	83
6.5 Penetapan Rentang Panjang Gelombang Pengukuran Pada Spektrum Derivatif Pertama	84
6.6 Linearitas pada Satu Panjang Gelombang	87
6.7 Linearitas dengan Pengukuran pada Tiga Panjang Gelombang	89
6.8 Validasi dengan Parameter IDR	90
6.9 Hasil Penentuan Akurasi dan Presisi	91
6.10 Hasil Penentuan Konsentrasi LAS dalam Contoh	91
6.11 Selektifitas dengan Adanya Interferensi Anion SCN^- dan NO_3^-	92
BAB 7 KESIMPULAN DAN SARAN	94
7.1 Kesimpulan	94
7.2 Saran	94
DAFTAR PUSTAKA	95
LAMPIRAN	98

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 5.1 : Data Beda Absorban Rata-Rata Pada Penetapan Linearitas Standar LAS Dari Spektrum Derivatif Pertama	38
Tabel 5.2 : Data Absorban Pada Pengamatan Dengan Satu Panjang Gelombang 652 nm dan 654 nm dan Beda Absorban Pada Pengamatan Dengan Tiga Panjang Gelombang Pada Spektrum Basal Untuk Penetapan Linearitas Standar LAS ..	53
Tabel 5.3 : Data Pengamatan (IDR)	56
Tabel 5.4 : Rangkuman Hasil Validasi Pada Rentang Panjang Gelombang Terpilih Terhadap Larutan Standar LAS	60
Tabel 5.5 : Rangkuman Hasil Validasi Pada Pengukuran Satu dan Tiga Panjang Gelombang Terhadap Larutan Standar LAS ..	61
Tabel 5.6 : Rangkuman Hasil Validasi IDR Terhadap Larutan Standar LAS	61
Tabel 5.7 : Penetapan Standar Untuk Penentuan Akurasi dan Presisi dan Untuk Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh	66
Tabel 5.8 : Hasil Pengukuran Beda Absorban Rata-Rata ($\bar{\Delta A}$) dan Beda Absorban (ΔA) Terhadap Larutan Contoh	67
Tabel 5.9 : Penentuan Akurasi dan Presisi pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	68
Tabel 5.10 : Penentuan Akurasi dan Presisi pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm	68
Tabel 5.11 : Penentuan Akurasi dan Presisi dengan Tiga Panjang Gelombang 642, 652 dan 662 nm	69
Tabel 5.12 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	70
Tabel 5.13 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	71
Tabel 5.14 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN^- pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	71
Tabel 5.15 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm	72
Tabel 5.16 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm ...	72
Tabel 5.17 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm	73
Tabel 5.18 : Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN^- pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm	73

Tabel 5.19	: Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm	74
Tabel 5.20	: Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm	74
Tabel 5.21	: Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm	75
Tabel 5.22	: Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN^- pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm	75
Tabel 5.23	: Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm	76

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1 : Prinsip Cara Pengamatan Tiga Panjang Gelombang	15
Gambar 2.2 : Cara Mencari Beda Absorban (ΔA) Pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang	17
Gambar 2.3 : Penurunan Spektrum Basal Menjadi Derivatif Satu Sampai Empat	18
Gambar 5.1 : Spektrum Derivatif Pertama Kompleks MBAS dengan Konsentrasi : (1) 0,0996; (2) 0,4980; (3) 0,8964; (4) 1,2948; (5) 1,6932; dan (6) 1,9920 ppm untuk Penetapan Rentang λ Pengukuran	40
Gambar 5.2 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 620-626 nm	41
Gambar 5.3 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 620-638 nm	44
Gambar 5.4 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 620-646 nm	44
Gambar 5.5 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 620-650 nm	45
Gambar 5.6 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 626-638 nm	45
Gambar 5.7 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 626-646 nm	46
Gambar 5.8 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 626-650 nm	46
Gambar 5.9 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 638-646 nm	47
Gambar 5.10 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 638-650 nm	47
Gambar 5.11 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 646-650 nm	48
Gambar 5.12 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 652-654 nm	48
Gambar 5.13 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 652-656 nm	49
Gambar 5.14 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 652-658 nm	49
Gambar 5.15 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 654-656 nm	50
Gambar 5.16 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 654-658 nm	50
Gambar 5.17 : Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 656-658 nm	51

Gambar 5.18	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 658-666 nm	51
Gambar 5.19	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 658-674 nm	52
Gambar 5.20	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 658-682 nm	52
Gambar 5.21	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 658-688 nm	53
Gambar 5.22	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 666-674 nm	53
Gambar 5.23	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 666-682 nm	54
Gambar 5.24	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 666-688 nm	54
Gambar 5.25	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 674-682 nm	55
Gambar 5.26	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 674-688 nm	55
Gambar 5.27	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 682-688 nm	56
Gambar 5.28	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Panjang Gelombang 652 nm	56
Gambar 5.29	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Panjang Gelombang 654 nm	57
Gambar 5.30	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Tiga Panjang Gelombang 642, 652 dan 662 nm	57
Gambar 5.31	: Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Tiga Panjang Gelombang 644, 654 dan 664 nm	58
Gambar 5.32	: Kurva IDR pada Rentang 620-626 nm	59
Gambar 5.33	: Kurva IDR pada Rentang 620-646 nm	61
Gambar 5.34	: Kurva IDR pada Rentang 638-646 nm	61
Gambar 5.35	: Kurva IDR pada Panjang Gelombang 652 nm	62
Gambar 5.36	: Kurva IDR pada Panjang Gelombang 654 nm	62
Gambar 5.37	: Kurva IDR pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang 642, 652 dan 662 nm	63
Gambar 5.38	: Kurva IDR pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang 644, 654 dan 664 nm	63
Gambar 6.1	: Contoh Kurva Hipotetik dari Suatu Spektrum Derivatif	77
Gambar 6.2	: Gambaran Sederhana Tentang Beda Absorban Rata-Rata ...	78
Gambar 6.3	: Spektrum Basal Standar LAS 10 ppm dalam Akuades	80
Gambar 6.4	: Spektrum Basal Reagen Methylene Blue yang Mengandung 30 ppm Methylene Blue	82
Gambar 6.5	: Spektrum Basal Kompleks MBAS, dengan Konsentrasi : (1) 0,0996; (2) 0,4980; (3) 0,8964; (4) 1,2948; (5) 1,6932; dan (6) 1,9920 ppm	83

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 : Contoh Perhitungan Konsentrasi LAS dalam Contoh	98
Lampiran 2 : Uji Validasi Linearitas Menggunakan Program Validasi (PV)	100
Lampiran 3 : Analisis Regresi Linear Untuk Linearitas Standar LAS	115
Lampiran 4 : Uji Validasi IDR Menggunakan Program Validasi (PV) ...	130
Lampiran 5 : Analisis Regresi Linear Untuk IDR Standar LAS	137
Lampiran 6 : Surat Izin Melaksanakan Penelitian dari Program Pasca-Sarjana Universitas Airlangga	141
Lampiran 7 : Surat Keterangan Untuk Melakukan Survey/Research dari Direktorat Sosial Politik Pemda Tingkat I Jawa Timur	142
Lampiran 8 : Surat Keterangan Untuk Melakukan Survey/Research dari Kantor Sosial Politik Pemerintah Kotamaday Daerah Tingkat II Surabaya	143
Lampiran 9 : Surat Persetujuan Permohonan Sampel Air dari Perusahaan Daerah Air Minum (PDAM) Pemerintah Kota Surabaya	144

BAB 1

PENDAHULUAN



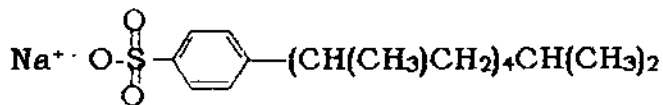
1.1 Latar Belakang

Surfaktan--zat aktif permukaan atau *tensides*--adalah zat yang menyebabkan turunnya tegangan permukaan cairan, khususnya air. Ini menimbulkan pembentukan gelembung dan pengaruh permukaan lainnya yang memungkinkan zat-zat ini bertindak sebagai zat pembersih dalam rumah tangga maupun untuk tujuan industri (Connel, 1995).

Sabun adalah suatu surfaktan yang telah dibuat dan dipakai sejak lama. Seperti diketahui, sabun adalah garam natrium dari asam lemak berantai panjang, sekitar 12-18 atom C. Kelemahan utama dengan sabun adalah reaksinya dengan garam-garam runtuhan dalam air sadah menghasilkan endapan dan hilangnya keaktifan surfaktan. Untuk mengatasi masalah ini digunakan deterjen yang tidak membentuk endapan dalam air sadah.

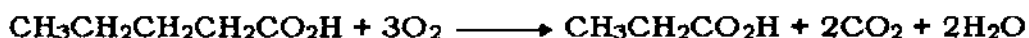
Deterjen adalah istilah suatu bahan hasil kombinasi dari surfaktan dengan bahan-bahan lain baik organik maupun anorganik untuk meningkatkan fungsinya yaitu sebagai pembersih. Dari bahan-bahan penyusunnya itu surfaktan adalah komponen utamanya (Kirk-Othmer, 1983). Jenis surfaktan yang dipakai sekarang sangat banyak. Surfaktan pembentuk deterjen untuk mencuci pakaian umumnya adalah garam natrium dari asam sulfonat organik dengan rumus umum $\text{Na}^+ \cdot \text{O}_3\text{S} - \text{R}$.

Sampai awal tahun 1960-an, surfaktan yang paling banyak digunakan dalam deterjen adalah Alkil Benzena Sulfonat (ABS), mengandung gugus benzena dengan rantai samping alkil bercabang.



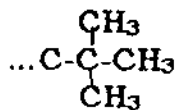
Tetapi jenis surfaktan ini menimbulkan masalah karena tidak ada proses alami yang dapat mendegradasinya. Pokok masalah dalam biodegradasi molekul tersebut terletak pada bagian rantai samping alkil (hidrokarbon) bercabang yang melekat pada benzena.

Pada proses lingkungan degradasi hidrokarbon dengan oksidasi oleh mikroorganisme adalah hal yang sangat penting. Jenis bakteri yang sering terlibat pada degradasi hidrokarbon adalah *Micrococcus*, *Pseudomonas*, *Mycobacterium*, dan *Nocardia* (Manahan, 1994). Tahap pertama yang paling umum terjadi pada oksidasi mikrobial melibatkan konversi gugus $-\text{CH}_3$ terminal menjadi gugus $-\text{CO}_2$. Kadang-kadang pada tahap pertama ini terjadi pula reaksi enzimatik yang melibatkan penambahan atom oksigen pada karbon non-terminal membentuk suatu keton. Setelah terbentuk asam karboksilat dari alkana, selanjutnya terjadi oksidasi yang dikenal dengan reaksi β -oksidasi. Sebagai contoh digambarkan sebagai berikut :



Dengan cara seperti ini setiap kali terjadi β -oksidasi, alkana awal mengalami pengurangan sebanyak 2 atom karbon.

Tetapi β -oksidasi hanya akan terjadi pada rantai hidrokarbon lurus. Pada hidrokarbon bercabang hal ini tidak mudah terjadi karena tidak spesifik bagi β -oksidasi. Hadirnya sebuah atom karbon kuarterner dalam rantai alkil dapat memperlambat proses degradasi karena sebuah atom hidrogen tidak tersedia bagi β -oksidasi.



Kondisi seperti ini membuat ABS dan surfaktan dengan struktur serupa bertahan lama dalam lingkungan, menyebabkan terbentuknya busa yang tidak sedap dipandang pada aliran sungai dan menimbulkan masalah pada pemurnian air. Oleh karena itu industri-industri deterjen mengembangkan jenis surfaktan yang dapat didegradasi.

Surfaktan yang sekarang banyak digunakan adalah LAS (*Linear Alkylbenzene Sulfonate*), dengan gugus benzena yang memiliki rantai samping alkil lurus beranggota C₁₀₋₁₃. Dengan digunakannya deterjen yang mempunyai bahan aktif LAS diharapkan masalah pencemaran lingkungan oleh deterjen dapat dikurangi.

Walaupun LAS mempunyai sifat dapat didegradasi secara hayati, keberadaannya dalam perairan lingkungan tetap harus mendapatkan perhatian. Deterjen adalah produk yang dipergunakan oleh masyarakat

setiap hari, baik yang dihasilkan oleh individu, rumah tangga maupun industri. Sehingga penambahan LAS terjadi setiap waktu ke lingkungan termasuk ke dalam perairan. Dengan kondisi seperti itu LAS selalu ada dalam konsentrasi tertentu sebagai konstituen perairan.

Oleh karenanya konsentrasi dari LAS harus selalu dipantau agar tidak melampaui nilai ambang batas yang diperbolehkan. Terdapat dua buah peraturan pemerintah mengenai persyaratan jumlah LAS, yaitu : pertama, Permenkes RI. No. 173/ Menkes/ Per/ VIII/ 1977, yaitu untuk air buangan jumlahnya harus negatif. Kedua, Kep MENKLH No. Kep.-03 dan MENKLH/II/1991 tentang baku mutu air limbah sebagai berikut : golongan I maksimal: 0,5 mg/liter; golongan II : 5 mg/liter; golongan III : 10 mg/liter; dan golongan IV : 15 mg/liter (Anonymous, 1993 dan 1994).

Berkaitan dengan hal di atas maka penentuan kuantitatif LAS dalam perairan menjadi sangat penting. Terdapat dua metode standar yang digunakan untuk analisis surfaktan, yaitu metode methylene blue atau MBAS (*Methylene Blue Active Substances*) (Weber, 1962) dan metode CTAS (*Cobalt Thiocyanate Active Substances*), (Franson, 1985). Keduanya dilakukan secara kolorimetrik. Metode yang umum digunakan di Indonesia adalah metode methylene blue. Prinsipnya adalah dengan memasang kation methylene blue dengan anion zat aktif terhadap methylene blue dan mengekstraknya dengan kloroform. Garam berwarna biru dalam fase kloroform sebagai hasil pemasangan

ion itu ditentukan pada panjang gelombang 652 nm dan dinyatakan sebagai MBAS.

Berdasarkan literatur dan metode standar, metode methylene blue mempunyai kelemahan, yaitu hasil analisisnya mempunyai kesalahan positif. Artinya konsentrasi LAS hasil analisis lebih besar daripada konsentrasi sesungguhnya dalam sampel uji. Penyebabnya adalah zat-zat yang dapat larut dalam kloroform dan bereaksi dengan methylene blue seperti sulfonat organik, sulfat, karboksilat, fenol, tiosianat anorganik, sianat, klorida, dan nitrat (Anonymous, 1996). Zat-zat ini dapat memberikan absorpsi latar belakang yang mempengaruhi hasil pengukuran. Jenis absorpsi seperti ini akan diteliti untuk diminimalkan dengan cara-cara baru pada spektrofotometer modern, pertama: penentuan pada tiga panjang gelombang (3λ) yang berbeda.

Usaha lain yang dapat ditempuh adalah dengan cara derivatif spektrum. Pada spektrofotometer UV-Vis yang modern dapat dibuat spektrum derivatif secara otomatis (Mulja, 1995). Dengan cara derivatif, spektrum yang saling tumpang tindih dapat terpisahkan satu sama lain, sehingga spektrum zat analit relatif tidak terganggu lagi oleh spektrum zat lain atau matriks.

Pada penelitian ini akan dikembangkan cara yang lebih baru untuk penentuan LAS yaitu dengan cara mencari beda absorban rata-rata pada spektrum derivatif. Cara seperti ini dikenal dengan istilah *AA Average Measurement* atau derivatif modern. Untuk itu akan diteliti kehandalan

cara ini dari tingkat validitasnya. Sehingga diharapkan pengaruh dari absorpsi latar belakang dan lainnya dapat diminimalkan atau dihilangkan dan hasil pengukuran terhadap analit semakin baik.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian di atas, permasalahan dalam penelitian ini adalah :

1. Apakah dengan cara derivatif modern dapat diperoleh validitas yang lebih baik daripada pengukuran dengan satu panjang gelombang pada metode standar dan pengukuran dengan tiga panjang gelombang ?
2. Apakah dengan cara derivatif modern dapat diatasi gangguan latar belakang pada pengukuran LAS dalam contoh deterjen ?

1.3 Tujuan Penelitian

1.3.1 Tujuan umum

Tujuan umum penelitian ini adalah untuk mencari pengembangan metode analisis pada penentuan LAS dalam contoh deterjen yang memberikan validitas lebih baik dengan hasil yang mampu mengatasi gangguan-gangguan latar belakang dengan pemanfaatan cara-cara yang baru dalam metode Spektrofotometri UV-Vis.

1.3.2 Tujuan khusus

Tujuan khusus penelitian ini adalah :

1. Menentukan validitas analisis terhadap cara derivatif modern.

2. Untuk menunjukkan bahwa cara derivatif modern dapat mengatasi absorpsi latar belakang.

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat menjadi salah satu pilihan metode penentuan LAS dalam contoh deterjen sebagai metode analisis dengan validitas lebih baik daripada metode yang lama.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Tentang Deterjen

2.1.1 Komposisi Deterjen

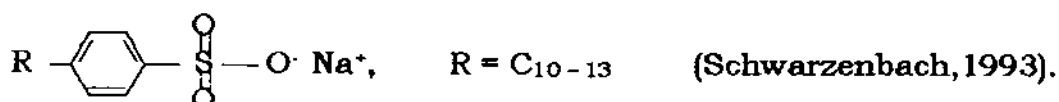
Deterjen merupakan bahan pencuci atau pembersih yang mengandung zat aktif permukaan dan zat-zat aditif lainnya untuk meningkatkan daya pencuci atau pembersihnya. Zat aktif permukaan dalam deterjen mempunyai kemampuan untuk mengurangi tegangan permukaan air. Zat aktif permukaan ini disebut juga dengan surfaktan. Dalam deterjen komersial komposisi surfaktan hanya 10 - 30%, yang lainnya adalah zat aditif yang menambah kinerja deterjen. Zat-zat aditif tersebut contohnya adalah *builders* (polifosfat), penukar ion, natrium karbonat, natrium silikat, amida penstabil busa, karboksimetilselulosa (CMC), zat pengelantang, pelembut, enzim, pencerah, pewangi, pelindung warna, natrium sulfat encer, dan lain-lain (Manahan, 1994). Walaupun demikian surfaktan merupakan komponen terpenting dari suatu deterjen. Hal ini karena secara mendasar surfaktan adalah zat yang meningkatkan kualitas pembasahan air (*wetting qualities of water*) terhadap bahan yang dicuci.

2.3.2 Sifat Fisika dan Kimia Surfaktan

Sifat fisika dan kimia surfaktan ditentukan oleh struktur molekul surfaktan itu sendiri. Surfaktan mempunyai struktur amfilik, yaitu

dua ujung bagian molekul yang mengemban sifat berbeda. Satu bagian molekul merupakan bagian polar atau ionik yang memiliki afinitas kuat terhadap air, sedangkan bagian satunya merupakan rangka hidrokarbon yang bersifat nonpolar dan tidak menyukai air. Klasifikasi surfaktan didasarkan pada jenis muatan bagian polar yang melekat dengan rangka hidrokarbonnya atau bagian yang terbesar dari molekul surfaktan. Dalam hal ini maka surfaktan dibedakan dalam garis besar menjadi dua, yaitu surfaktan ionik dan non-ionik. Kemudian surfaktan ionik terbagi menjadi tiga, yaitu anionik, kationik dan amfolitik, (Tolgyessy, 1993; Connel, 1995).

Linear Alkylbenzene Sulfonate (LAS) adalah jenis surfaktan yang umum dipakai dalam deterjen komersial dewasa ini. Senyawa ini merupakan garam natrium dari asam alkil benzena sulfonat dengan struktur umum sebagai berikut :

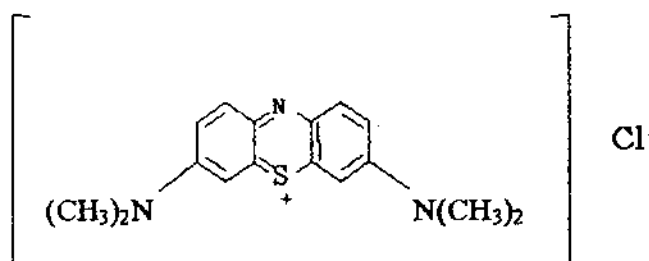


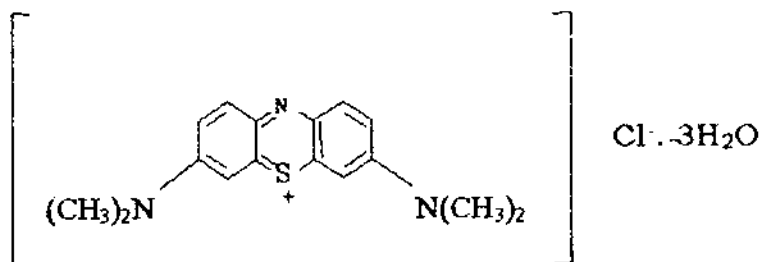
Senyawaan ini dibuat dengan cara menempelkan gugus alkil rantai panjang pada cincin benzena dengan katalis Friedel-Crafts dan alkil halida, alkena atau alkohol. Dengan sulfonasi dan netralisasi dihasilkan surfaktan (Morrison, 1987). Dari struktur molekulnya, LAS mengemban muatan negatif pada bagian terbesar molekulnya, sehingga LAS tergolong surfaktan anionik.

2.2 Methylene blue Sebagai Pewarna LAS

Metode methylene blue bukan satu-satunya metode penentuan surfaktan anionik dalam suatu sampel cair. Terdapat beberapa metode yang telah dikembangkan oleh peneliti-peneliti terdahulu. Sebagai contoh adalah metode Methyl green, Meldola blue, Capri blue, Alizarin green, Alizarin blue, patent blue, crystal violet, Victoria blue, dan Azo carmin G. Kecuali metode Methylene blue dan Methyl green, metode-metode yang lain tidak memberikan hasil yang memuaskan. Hal ini disebabkan oleh tidak terbentuknya kompleks, larutnya kompleks dalam pelarut ekstraktor, dan masih banyaknya interferensi terutama oleh ion tiosianat. Metode yang paling populer dewasa ini adalah metode Methylene blue (Moore, 1956; Franson, 1985).

Methylene blue mempunyai rumus molekul $C_{16}H_{18}ClN_3S$ dengan bobot molekul 319,85 (Budavari, 1989). Atau dalam bentuk trihidratnya dengan rumus molekul $C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3 H_2O$ dan bobot molekul 373,9 (Dean, 1987; Reynolds, 1996). Masing-masing dengan struktur molekul sebagai berikut :

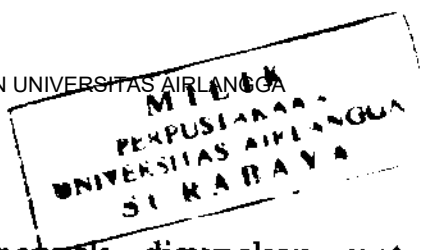




Pada penentuan LAS, methylene blue adalah sebagai zat pembentuk garam yang berwarna biru dengan LAS. Prinsipnya adalah MBAS memindahkan senyawa methylene blue dari larutan air ke dalam suatu larutan organik, terjadi pembentukan pasangan ion antara anion senyawa aktif methylene blue dan kation methylene blue. Intensitas warna biru yang dihasilkan dalam lapisan organik diukur sebagai senyawa aktif methylene blue.

2.3 Tinjauan Tentang Spektrofotometri

Spektrofotometri UV-Vis merupakan suatu metode analisis yang menggunakan sumber radiasi elektromagnetik (REM) ultraviolet dekat dengan panjang gelombang 190-380 nm dan sinar tampak dengan panjang gelombang 380-780 nm dengan memakai instrumen spektrofotometer UV-Vis. Energi atom atau molekul terdiri dari energi translasi (E_t), energi rotasi (E_r), energi getaran (E_v), dan energi elektronik (E_e). Energi elektronik (E_e) akan banyak memberikan informasi pada spektrofotometri UV-Vis. Karena pada energi elektronik terlibat energi yang cukup besar dari molekul yang dianalisis, oleh sebab itu



spektrofotometri UV-Vis lebih banyak digunakan untuk analisis kuantitatif daripada kualitatif (Mulja, 1995).

Kromofor adalah gugus atau gugusan atom yang mengabsorpsi radiasi UV-Vis, sedangkan gugus auksokrom adalah gugus fungsional yang mempunyai pasangan elektron bebas seperti $-\text{OH}$, $\text{O}-\text{NH}_2$ dan OCH_3 yang memberikan transisi ($n \longrightarrow \sigma^*$). Terikatnya gugus auksokrom oleh kromofor menyebabkan pergeseran pita absorpsi menuju ke panjang gelombang yang lebih panjang (pergeseran merah = batokromik) disertai peningkatan intensitas (efek hiperkromik). Pergeseran batokromik juga terjadi pada ikatan rangkap terkonjugasi ($-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{C}-$).

Spektrum UV-Vis digambarkan sebagai korelasi antara absorban (sebagai ordinat) dan panjang gelombang (sebagai absis) sehingga terbentuk pita spektrum. Terbentuknya pita spektrum UV-Vis disebabkan transisi energi yang tidak sejenis dan terjadi eksitasi elektronik lebih dari satu macam pada gugus molekul yang kompleks.

Panjang gelombang di mana terjadi eksitasi elektronik yang memberikan absorban yang maksimum disebut sebagai panjang gelombang maksimum (λ maks). Penentuan panjang gelombang maksimum yang tepat dapat dipakai untuk identifikasi molekul yang bersifat karakteristik sebagai data sekunder. Dengan demikian spektrum UV-Vis dapat dipakai untuk tujuan analisis kualitatif (data sekunder) dan kuantitatif. Pokok kegunaan spektrofotometri UV-Vis

adalah untuk analisis kuantitatif karena melibatkan energi eksitasi yang cukup besar.

Hukum Lambert - Beer

Bila suatu radiasi elektromagnetik dilewatkan pada suatu larutan dengan intensitas radiasi semula (I_0), maka sebagian radiasi tersebut akan diteruskan (I_t), dipantulkan (I_r) dan diabsorpsi (I_a), dan keadaan tersebut dituliskan sebagai berikut :

$$I_0 = I_r + I_a + I_t$$

Dari persamaan itu harga I_r kecil ($\pm 4\%$) dengan demikian dapat diabaikan karena dalam pengerjaan dengan spektrofotometri UV-Vis dipakai larutan pembanding (blanko) sehingga persamaan di atas menjadi :

$$I_0 = I_a + I_t$$

Bouger, Lambert dan Beer menyelidiki secara matematik hubungan antara transmittan atau absorban terhadap intensitas radiasi atau konsentrasi zat yang dianalisis dan tebal larutan yang mengabsorpsi sebagai berikut :

$$T = \frac{I_t}{I_0} = 10^{-\epsilon cb}$$

$$A = \log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon cb$$

dimana T = persen transmittan

I_0 = intensitas radiasi yang datang

I_t = intensitas radiasi yang diteruskan

ϵ = absorptansi molar ($\text{l.mol}^{-1}.\text{cm}^{-1}$)

c = konsentrasi (mol.l^{-1})

b = tebal larutan (cm)

A = absorban

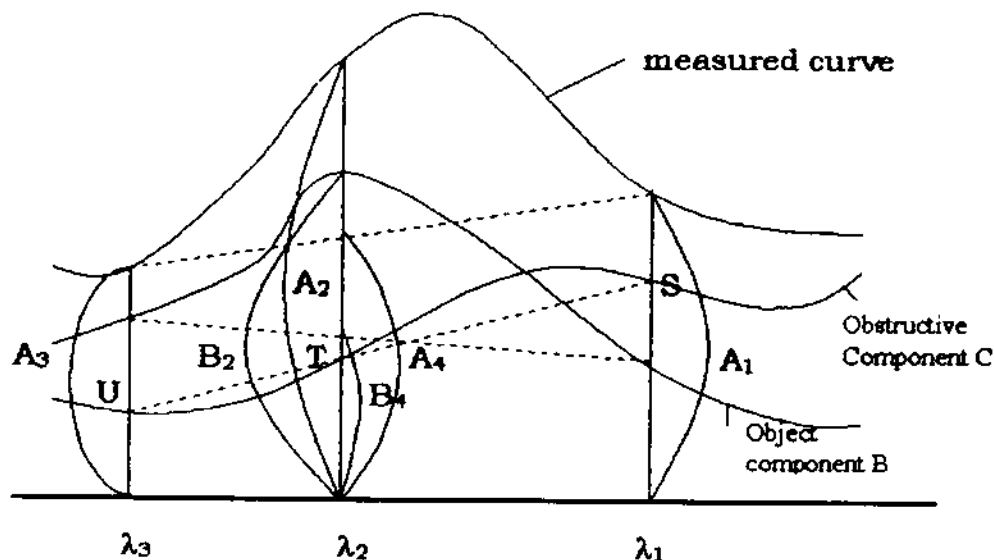
Analisis Kuantitatif

Analisis kuantitatif zat tunggal dilakukan dengan pengukuran harga A pada panjang gelombang maksimum atau dilakukan pengukuran $\%T$ pada panjang gelombang minimum. Alasan dilakukannya pengukuran pada panjang gelombang tersebut adalah bahwa perubahan absorban untuk setiap satuan konsentrasi adalah paling besar pada panjang gelombang maksimum, sehingga akan diperoleh kepekaan analisis yang maksimum. Di samping itu pita serapan di sekitar panjang gelombang maksimum berbentuk datar, hasilnya dalam pengukuran berulang kesalahan yang terjadi kecil sehingga memenuhi hukum Lambert-Beer.

2.3.1 Cara pengamatan tiga panjang gelombang

Cara ini dalam spektrofotometri relatif baru, dapat dipakai untuk analisis kuantitatif komponen di dalam campuran atau dalam matriks sampel yang keruh (*turbid*). Komponen yang akan ditentukan dengan cara ini berada dalam keadaan terganggu absorpsinya oleh komponen pengganggu atau terganggu karena kekeruhan.

Prinsip cara pengamatan tiga panjang gelombang adalah dengan memperhitungkan harga beda absorban pada ketiga panjang gelombang terpilih. Gambar 2.1 menunjukkan spektrum kurva terukur dari sampel, standar dan komponen pengganggu.



Gambar 2.1. Prinsip Cara Pengamatan Tiga Panjang Gelombang

Dari gambar tersebut dapat ditentukan beda absorban (ΔA) untuk larutan standar dan larutan sampel. Untuk larutan sampel didapatkan harga :

$$\begin{aligned} \Delta A &= A_2 - A_4 \\ &= A_2 - \frac{(\lambda_1 - \lambda_2) A_3 + (\lambda_2 - \lambda_3) A_1}{(\lambda_1 - \lambda_3)} \end{aligned}$$

Bertitik tolak pada hukum Lambert-Beer dapat dilakukan penetapan kadar komponen-komponen zat kimia dalam suatu campuran matriks sampel pengganggu. Karena pada dasarnya jumlah

keseluruhan absorpsi dalam suatu campuran pada panjang gelombang tertentu akan sebanding dengan jumlah absorpsi dari masing-masing komponen yang berada dalam campuran. Secara umum pernyataan di atas dapat ditulis sebagai fungsi F yang linear sebagai berikut :

$$F = K_1A_1 + K_2A_2 + K_3A_3$$

dimana :

F nilainya setara terhadap konsentrasi

A_1, A_2, A_3 adalah faktor absorpsi tiap panjang gelombang

K_1, K_2, K_3 adalah faktor rentangan gelombang

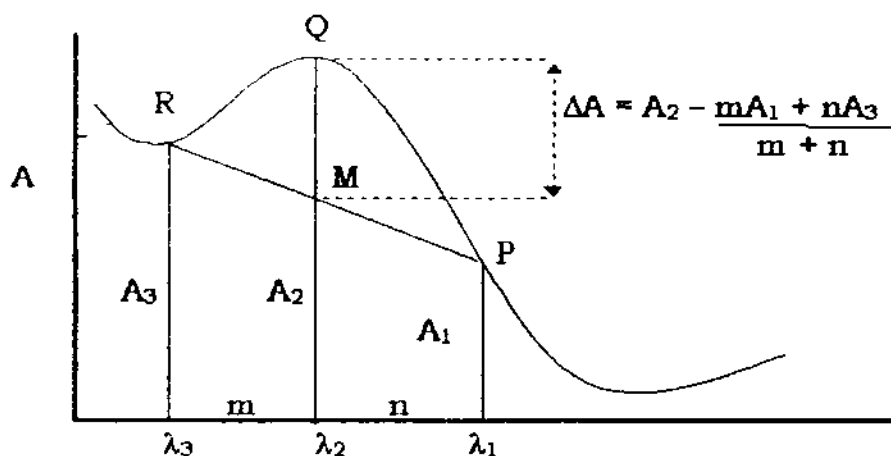
Berdasarkan persamaan di atas, berarti :

$$\Delta A = \left(- \frac{m}{m+n} \right) A_1 + A_2 + \left(- \frac{n}{m+n} \right) A_3$$

Dalam persamaan ini ada tiga koefisien korelasi, yaitu $K_1, K_2,$ dan K_3 yang dinyatakan sebagai :

$$K_1 = - \frac{m}{m+n} \quad ; \quad K_2 = 1 \quad ; \quad \text{dan} \quad K_3 = - \frac{n}{m+n}$$

Kurva baku setiap komponen akan dapat dinyatakan sebagai garis linear yang merupakan korelasi kadar komponen baku terhadap beda absorpsi (ΔA) hasil pengamatan pada tiga panjang gelombang.



Gambar 2.2. Cara mencari beda absorban (ΔA) pada pengamatan tiga panjang gelombang.

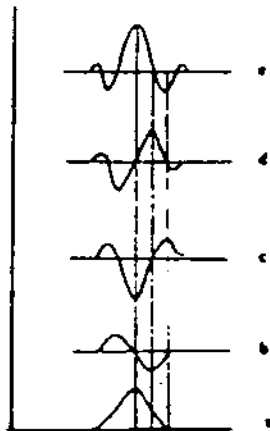
2.3.2 Cara derivatif spektrum

Metode derivatif secara luas telah digunakan dalam analisis senyawa organik (Harris, 1996). Analisis kuantitatif dengan cara derivatif pada prinsipnya adalah mencari absorban atau beda absorban tiap-tiap komponen yang memberikan korelasi yang linear terhadap konsentrasi, sehingga akan dapat dihitung masing-masing kadar campuran zat tersebut secara serentak atau salah satu komponen dalam campurannya dengan komponen yang lainnya.

Kurva yang dirajah sebagai korelasi antara absorban dan konsentrasi zat disebut dengan spektrum basal. Dari spektrum ini dapat dibuat derivatifnya. Spektrum derivatif pertama didapatkan dengan cara menggambarkan selisih absorban dua panjang gelombang ($\Delta A = A_{\lambda_1} - A_{\lambda_2}$) terhadap harga rata-rata dua panjang gelombang tersebut yang teratur berderet, yaitu :

$$(\lambda_m = \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{2})$$

Profil penurunan spektrum derivatif dari spektrum basal sampai derivatif ke empat tampak pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3. Penurunan spektrum basal menjadi spektrum derivatif satu sampai empat

Pada prinsipnya semua spektrum yang dihasilkan oleh semua spektrofotometer UV-Vis jenis apapun dapat diturunkan spektrum derivatifnya secara manual maupun otomatis. Analisis kuantitatif spektrum derivatif dilakukan dengan jalan membuat kurva baku antara beda absorban (ΔA) puncak atau lembah spektrum dari garis dasar terhadap konsentrasi zat tersebut. Untuk campuran komponen yang

tumpang tindih perlu dicari λ_{maks} panjang gelombang yang bebas (tidak terganggu) untuk tiap-tiap komponen yang akan ditentukan.

2.3 Validasi Metode

Validasi metode analisis diartikan sebagai suatu prosedur yang digunakan untuk membuktikan bahwa metode analisis yang dipakai secara taat asas memberikan hasil seperti yang diharapkan dengan kecermatan dan ketelitian yang memadai (Mulja, 1995). Hal ini juga berlaku untuk pengembangan metode analisis apakah hasilnya lebih tinggi atau lebih rendah daripada metode analisis sebelumnya.

Validasi metode adalah proses yang disusun melalui uji laboratorium di mana karakteristik kinerja metode memenuhi persyaratan untuk aplikasi analisis yang diperlukan. Karakteristik kinerja dinyatakan dalam istilah parameter khusus yang harus dipergunakan. Tipe parameter validasi tersebut adalah : spesifisitas, limit deteksi, limit kuantisasi, *Instrumental Dynamic Range* (IDR), akurasi, presisi, dan kemantapan (USP-XXIII, 1995). Diharuskan sebelum pekerjaan rutin pengujian terhadap sampel di laboratorium analisis, melakukan validasi metode pada kondisi dari sistem laboratorium di mana dikerjakan (Mulja, 1998).

Parameter yang dipilih dalam pekerjaan analisis tidak harus semuanya tergantung dari tujuan dan tingkat validitas yang diinginkan.

2.4.1 Linearitas

Linearitas dinyatakan sebagai variasi di sekitar gradien dari garis regresi yang dihitung berdasarkan hubungan matematika dari hasil yang diperoleh melalui analisis dengan kadar analit yang bervariasi. Sedangkan trayek linearitas adalah interval antara nilai bawah dan nilai atas dari analit yang telah ditentukan presisi, akurasi dan limitnya. Trayek linearitas dinyatakan dengan satuan (% , ppm) yang diperoleh melalui metode analisis (USP-XXIII, 1995).

Linearitas ditentukan dengan cara membuat seri cuplikan sampel yang sama dengan konsentrasi standar berdasarkan metode standar. Sebagai parameter adanya hubungan linear atau tidak digunakan koefisien korelasi r pada garis regresi linear $y = a + bx$. Parameter lain yang perlu ditentukan untuk mengevaluasi linearitas adalah deviasi residual rata-rata dari garis regresi (S_y), standar deviasi fungsi (S_{x0}) dan koefisien variasi dari fungsi (V_{x0}) yang diformulasikan sebagai berikut :

$$S_y = \sqrt{\frac{\sum(Y_i - \bar{Y}_i)^2}{N - 2}} \quad , \text{ untuk } \hat{Y}_i = a + bX_i$$

$$S_{x0} = \frac{S_y}{b}$$

$$V_{x0} = \frac{S_{x0}}{\bar{X}} \times 100\%$$

Harga V_{x0} untuk laboratorium QC di pabrik farmasi atau kimia sebaiknya berkisar antara 2-3 %, sedangkan untuk bioanalisis

sebaiknya harga V_{x0} tidak lebih dari 5%. Harga r lebih besar dari r tabel tidak menjamin bahwa kurva linear yang diperoleh mempunyai harga V_{x0} yang memenuhi persyaratan (Indrayanto, 1999).

Suatu kurva standar hanya dapat dipakai untuk perhitungan kuantitatif konsentrasi analit pada sampel, bila telah dibuktikan dengan statistik bahwa analit konsentrasi terkecil (x_1) berbeda signifikan dengan harga nol. Untuk itu harus dibuktikan bahwa harga X_p harus $< x_1$. Harga X_p dihitung dengan persamaan berikut :

$$X_p = 2S_{x0} \cdot t_{\text{tabel}} \sqrt{\frac{1 + 1 + \frac{(Y_p - Y)^2}{b^2 \cdot Q_{xx}}}{N}}$$

di mana :

$$Y_p = a + S_y \cdot t_{\text{tabel}} \sqrt{\frac{1 + 1 + \frac{X^2}{Q_{xx}}}{N}}$$

$$Q_{xx} = \sum X_i^2 - \frac{1}{N} (\sum X_i)^2$$

$$t_{\text{tabel}} = \text{student-t-factor (f = N-2, P=95\%)}$$

2.4.2 Spesifisitas

Spesifisitas dalam USP-XXII tahun 1990 dinyatakan sebagai selektivitas, adalah kemampuan untuk mengukur secara akurat dan spesifik bila analit berada bersama dengan komponen lain dalam matriks sampel. Spesifisitas dinyatakan sebagai derajat bias hasil yang diperoleh melalui analisis sampel yang mengandung pengotor, jika dibandingkan dengan hasil dari analit murni. Bias dinyatakan sebagai

perbedaan hasil uji antara dua kelompok sampel. Spesifisitas merupakan ukuran derajat interferensi dalam analisis campuran sampel yang kompleks. Spesifisitas ditentukan dengan membandingkan hasil dari analisis sampel yang mengandung pengotor dengan hasil sampel analit murni (USP-XXIII, 1995).

2.4.3 Akurasi

Akurasi adalah kedekatan hasil yang diperoleh suatu metode dengan kadar yang sebenarnya. Akurasi sering dinyatakan dengan % perolehan kembali (*recovery*), melalui pengujian sejumlah analit yang diketahui. Akurasi adalah ukuran kepastian metode analisis (USP-XXIII, 1995).

Akurasi ditentukan dengan menambahkan sejumlah analit yang diketahui kadarnya pada sampel dengan konsentrasi di atas dan di bawah tingkat normal (USP-XXIII, 1995). Persen perolehan kembali (*recovery*) diuji secara statistik dengan uji t.

Persen perolehan kembali dapat ditentukan dengan cara membuat sampel plasebo (eksipien obat, cairan biologis) kemudian ditambah analit dengan konsentrasi tertentu lalu dianalisis dengan metode yang akan dianalisis. Tetapi bila tidak memungkinkan membuat sampel plasebo, karena matriknya tidak diketahui seperti obat-obat paten, maka dapat ditempuh metode adisi (Indrayanto, 1993).



2.4.4 Presisi

Presisi adalah derajat keterulangan di antara hasil uji individual jika prosedur digunakan berulang-ulang terhadap sampling "multiple" dari sampel homogen. Presisi dinyatakan sebagai simpangan baku (SD) atau simpangan baku relatif (RSD) dari beberapa kali penentuan kuantitatif terhadap sampel yang dianalisis dengan metode terpilih yang dilaksanakan dengan normal (Mulja, 1995).

Presisi dapat ditentukan dengan pengujian terhadap sampel aliquot dari sampel homogen yang dapat dihitung secara statistik dari simpangan baku dan simpangan baku relatif (USP-XXIII, 1995). Makin kecil simpangan baku relatif yang diberikan suatu metode analisis maka validitas metode tersebut lebih terjamin. Makin kecil kadar zat yang dianalisis dan makin panjang tahapan prosedur metode analisis akan didapat harga simpangan baku relatif yang makin besar.

2.4.5 *Instrumental Dynamic Range (IDR)*

Rentang kekurusan IDR adalah suatu rentangan kadar yang terendah sampai kadar tertinggi yang ditentukan dengan metode analisis dan direlasikan dengan tanggap detektor dengan koefisien korelasi yang mendekati harga satu dan sesuai dengan hukum metode analisis yang dipakai (Mulja, 1995). Untuk maksud analisis kuantitatif yang dipakai sebagai parameter adalah bermacam-macam kadar sebagai absis pada sistem koordinat Cartesian. Sedangkan sebagai ordinat dapat dipakai tanggap detektor tergantung dari metode analisis yang digunakan.

Untuk metode Spektrofotometri UV-Vis sebagai ordinatnya adalah absorpsi radiasi elektromagnetik (absorban).

Validitas metode analisis sangat tergantung pada IDR. Tetapi harga IDR sangat tergantung pada kecanggihan instrumen yang dipakai dan macam molekul yang dianalisis. Persamaan regresi dari IDR dapat dipakai untuk analisis molekul atau unsur dari berbagai sampel dengan metode yang sama.

2.4.6 *Limit of Detection* dan *Limit Of Quantitation*

Limit Of Detection ialah jumlah analit terkecil yang dapat dideteksi dan memberikan tanggap detektor yang berbeda dengan pembanding (tanpa sampel). Sedangkan *Limit Of Quantitation* ialah jumlah analit yang terkecil dari sampel yang dapat dianalisis dengan presisi dan akurasi yang memadai.

Untuk penentuan *Limit Of Detection* dan *Limit Of Quantitation* pada suatu metode analisis, maka pertama-tama harus ditentukan harga S atau N dahulu (S = *Signal*, N = *Noise*, derau). *Limit Of Detection* dalam analisis dinyatakan sebagai tanggap detektor (S) yang minimal, yaitu 2-3 kali tanggap detektor terhadap derau, atau $S = 2 N$ atau $S = 3 N$. Makin kecil harga *Limit Of Detection* makin sensitif alat dan metode yang digunakan. Sehingga kecanggihan alat turut menentukan harga *Limit Of Detection*. Sedangkan *Limit Of Quantitation* besarnya minimal 5 kali

Limit Of Detection agar validitas, kecermatan dan ketelitian dapat terjamin (Mulja, 1995).

BAB 3

KERANGKA KONSEPTUAL DAN HIPOTESIS PENELITIAN

3.1 Kerangka Konseptual Penelitian

LAS merupakan jenis surfaktan yang dianjurkan untuk dipakai dalam deterjen karena sifatnya yang *biodegradable*. Penentuan deterjen anionik dalam contoh cair dikaitkan dengan surfaktan ini, meskipun di antara macam deterjen komersial yang beredar hanya beberapa nama dagang yang menyatakan bahan aktifnya LAS. Pusat Laboratorium Kesehatan Republik Indonesia, Bapedal, SNI dan lain-lainnya menggunakan metode baku yang sama dalam penentuan deterjen dalam perairan, yaitu Metode Methylene Blue.

Kelemahan metode methylene blue adalah memberikan kesalahan hasil analisis positif. Artinya hasil analisis lebih tinggi daripada kadar sebenarnya yang disebabkan oleh banyaknya matriks yang terdapat dalam suatu contoh cair deterjen. Kenyataan ini merupakan tantangan bagi kimiawan analitik untuk mengembangkan metode yang lebih akurat dan teliti dengan validitas metode analisis yang memadai.

Pada metode di atas pengukuran dilakukan secara kolorimetrik pada satu panjang gelombang, yaitu 652 nm. Sekarang dengan terus berkembangnya teknologi, spektrofotometer UV-Vis mempunyai banyak fasilitas pengukuran contoh. Dalam banyak usaha pengembangan metode analisis telah dipergunakan pengamatan pada tiga panjang gelombang dan derivatif untuk analisis dua atau multikomponen dalam

suatu matriks contoh yang rumit dan turbid. Pada Bab 2 telah dijelaskan bagaimana metode pengukuran pada tiga panjang gelombang dapat mengeliminasi serapan *obstructive component* dalam suatu contoh yang mengandung pengganggu.

Cara derivatif merupakan pilihan lain yang dipakai para ilmuwan untuk analisis contoh dengan komposisi sebagai berikut :

- campuran dua komponen yang spektrumnya saling tumpang tindih;
- campuran dua komponen yang keruh;
- campuran dua komponen yang merupakan isomeri (kecuali isomer optis aktif atau rasemik);
- campuran multikomponen (Mulja, 1995; Harris, 1996).

Cara-cara derivatif (*derivative techniques*) telah menunjukkan keunggulan-keunggulan, baik dalam analisis komponen anorganik maupun organik. Dalam analisis komponen anorganik misalnya analisis campuran nikel, tembaga, dan seng dengan derivatif pertama; analisis campuran nikel(II) (0,2-1,25 ppm) dan kobal(II) (0,25-1,25 ppm) dengan derivatif kedua (Harris, 1996). Analisis komponen organik misalnya analisis campuran Pseudoephedrine HCl dan Chlorpheniramine Maleat dengan cara : "*First Derivative Multi Component Analysis*", diperoleh hasil 98,2% Chlorpheniramine maleat dan 100,0% Pseudoephedrine HCl dari kadar yang tertulis di label campuran obat tersebut (Hoover dalam Mulja (1995)). Contoh yang lain analisis parasetamol dalam serum darah dengan derivatif pertama; analisis campuran kokain, prokain, dan

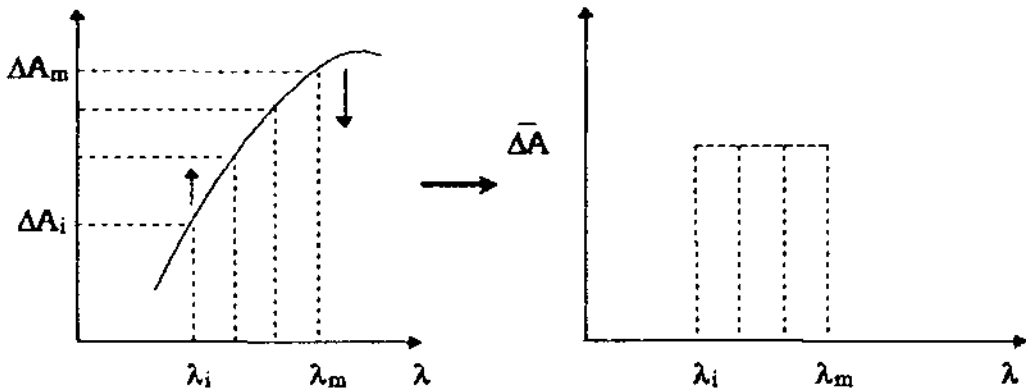
lidokain dalam contoh bubuknya dengan derivatif kedua, dan lain-lainnya (Harris, 1996).

Pada Spectrophotometer HP-8452A, penentuan konsentrasi analit dengan cara derivatif dapat dilakukan dengan enam cara, yaitu pada satu panjang gelombang (dinotasikan dengan L), ratio panjang gelombang (L_1/L_2), selisih beda absorban antara dua panjang gelombang (L_1-L_2), penjumlahan beda absorban pada dua panjang gelombang (L_1+L_2), tiga panjang gelombang ($L_1 \text{ drop } (L_2 \rightarrow L_3)$), , dan ΔA *Average measurement* ($\text{Avg}: L_1 \rightarrow L_2$).

Pada penelitian ini akan diperkenalkan cara ΔA *Average measurement*, di mana penentuan analit didasarkan pada beda absorban rata-rata yang dihasilkan dari spektrum derivatif. Akan dibuat plot antara beda absorban rata-rata (ΔA) dengan konsentrasi analit, diharapkan hasilnya akan memiliki validitas tinggi dan mampu mengatasi interferensi berdasarkan salah satu spesifikasinya untuk analisis dengan spektra yang tumpang tindih.

Telah disebutkan bahwa penentuan deterjen dalam contoh cair dengan reagen methylene blue mendapat gangguan dari komponen anionik dan kationik. Gangguan dari komponen anionik menjadi perhatian dalam penelitian ini karena pengaruhnya bersifat spektral dan dominan. Dalam hal ini methylene blue bersifat tidak spesifik terhadap LAS. Beberapa anion dapat membentuk kompleks dengan methylene blue. Anion seperti ini dikatakan aktif dengan methylene blue, sehingga

juga memiliki serapan. Jika dilakukan pengukuran absorban langsung pada spektrum basal maka serapan yang terukur adalah akumulasi dari serapan semua zat aktif methylene blue dan kesalahan hasil analisisnya positif. Oleh karena itu seperti semula disebutkan bahwa cara derivatif menjadi pilihan pemecahan spektra yang tumpang tindih karena kemampuannya untuk membedakan spektrum yang satu dengan yang lain.



Sketsa di atas adalah konsep sederhana dari penurunan beda absorban rata-rata dari spektrum derivatif. Beda absorban rata-rata adalah nilai rata-rata dari beda absorban yang bergerak dari satu panjang gelombang (λ_i) ke panjang gelombang berikutnya (λ_m).

$$\bar{\Delta A} = \frac{\Delta A_1 + \Delta A_2 + \Delta A_3 + \dots + \Delta A_m}{\lambda_m - \lambda_i} \dots\dots\dots(3.1)$$

$$= \sum_{i=1}^m \frac{(\Delta A)_i}{\lambda_m - \lambda_i} \dots\dots\dots(3.2)$$

Untuk Spectrophotometer HP-8452A kemampuan pengukuran dapat dilakukan setiap 2 nm, sehingga interval dari λ_i ke λ_{i+1} berurutan sampai ke λ_m adalah 2 nm (Mulja, 1995). Sehingga persamaan (3.2) di atas menjadi :

$$\bar{\Delta A} = 2 \sum_{i=1}^m \frac{(\Delta A)_i}{\lambda_m - \lambda_i} \dots\dots\dots(3.3)$$

Dari persamaan tersebut terlihat bahwa $\bar{\Delta A}$ hanya dihasilkan dari serangkaian penjumlahan beda absorban dan pembagian dengan selisih rentang panjang gelombang pengukuran.

Hasil beda absorban rata-rata merupakan suatu kurva yang datar. Bentuk kurva seperti ini sangat menguntungkan dalam analisis dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Pengukuran pada satu panjang gelombang mempunyai kelemahan jika terjadi pergeseran panjang gelombang pada saat pengukuran contoh. Dibandingkan dengan suatu rentangan panjang gelombang pada derivatif modern, maka cara pada derivatif modern memiliki peluang kesalahan lebih kecil. Pengukuran dengan rentangan panjang gelombang dilakukan secara statistik di mana nilai beda absorban rata-rata memiliki simpangan baku yang dapat mentolerir adanya pergeseran panjang gelombang. Dengan kata lain pergeseran panjang gelombang dieliminir, sehingga nilai beda absorban rata-rata lebih pasti dibandingkan nilai yang dihasilkan dari satu panjang gelombang pengukuran.

3.2 Hipotesis Penelitian

Hipotesis penelitian ini adalah :

- Cara pengamatan dengan derivatif modern (*ΔA Average Measurement*) pada spektrofotometri UV-Vis dapat memberikan validitas yang lebih baik daripada metode baku dan cara pengamatan tiga panjang gelombang.
- Cara derivatif modern dapat mengatasi gangguan latar belakang pada pengukuran LAS dalam contoh deterjen.

BAB 4

METODE PENELITIAN

4.1 Bahan dan Alat

4.1.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan : standar LAS (Hach, Cat. 14271-10) 60 ppm, Loveland, CO - USA, kloroform, methylene blue, fenolftalein, NaOH 1 N, H₂SO₄ 1 N dan 6 N, KH₂PO₄, KSCN, NaNO₃, NaH₂PO₄.H₂O, Etanol 95%, serta glass wool semuanya derajat *pro analysis* (p.a) dari Merck-Darmstadt, Germany. Isopropil alkohol 95% dan H₂O₂ 30% derajat p.a dari RDH - Seelze, Germany. Akuades, air minum PDAM, dan air sungai.

4.1.2 Alat

Alat-alat yang digunakan adalah : Spectrophotometer UV-Vis Hewlett Packard 8452 A dengan detektor *Photo Diode Array*, kuvet bertutup, corong pisah 500 ml, labu ukur 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml, dan 1000 ml, pipet volumetrik 10 ml dan 25 ml, pipet ukur 5 ml dan 10 ml, gelas piala 50 ml dan 100 ml, corong gelas, dan peralatan gelas lainnya.

4.2 Lokasi dan Waktu Penelitian

Preparasi dan analisis dilakukan di Laboratorium Analisis Farmasi dan Laboratorium Instrumental Fakultas Farmasi Universitas Airlangga. Contoh air PDAM dan air sungai diambil dari IPAM Ngagel III dan IPA

Interim Kayoon yang merupakan unit dari PDAM Kotamadya Surabaya. Penelitian ini berlangsung dari bulan Februari hingga Mei tahun 2000.

4.3 Pembuatan Larutan Baku LAS

Dibuat larutan baku LAS 10 ppm, yaitu dengan mengambil larutan standar LAS 60 ppm sebanyak 16,67 ml dengan pipet ukur dan diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 100 ml sampai tanda tera. Larutan ini disimpan dalam lemari es untuk meminimalkan biodegradasi LAS.

4.4 Penentuan Parameter Validasi

4.4.1 Penentuan Linearitas

Dibuat 6 macam konsentrasi larutan standar LAS, yaitu 0,1; 0,5; 0,9; 1,3; 1,7; dan 2,0 ppm, yaitu dengan mengambil 1,0 ; 5,0 ; 9,0; 13,0; 17,0; dan 20,0 ml larutan baku LAS dengan pipet ukur dan dimasukkan ke dalam corong pisah 500 ml. Seri larutan ini kemudian ditambahkan air suling sampai jumlah volume 100 ml.

Selanjutnya untuk penentuan konsentrasi LAS dalam contoh, volume contoh dipilih berdasarkan perkiraan konsentrasi MBAS sebagai berikut :

Perkiraan konsentrasi MBAS mg/l	Contoh yang diambil ml
0,025 - 0,080	400
0,08 - 0,40	250
0,4 - 2,0	100

Apabila konsentrasi MBAS diperkirakan lebih dari 2 mg/l, contoh diencerkan kira-kira mengandung 0,04 – 0,2 mg MBAS dengan akuades sampai 100 ml. Selanjutnya diperlakukan seperti pada bagian 4.4.1.

Contoh dibuat bereaksi basa dengan menambahkan larutan NaOH 1 N tetes demi tetes menggunakan indikator fenolftalein sampai timbul warna merah muda, kemudian warna merah muda dihilangkan dengan menambahkan beberapa tetes H₂SO₄ 1 N. Setelah itu ditambahkan 10 ml CHCl₃ dan 25 ml reagen methylene blue, dikocok kuat-kuat selama 30 detik. Sekali-kali tutup corong dibuka untuk mengeluarkan gas. Pengocokan yang berlebihan akan menyebabkan emulsi. Apabila emulsinya stabil, ditambahkan isopropil alkohol (kurang dari 10 ml) pada semua larutan kloroform dengan volume yang sama.

Sebelum lapisan kloroform (CHCl₃) dialirkan, digoyang pelan-pelan dan didiamkan, lapisan memisah. Lapisan bawah (CHCl₃) dikeluarkan dan ditampung dalam corong pemisah II. Corong pemisah I dicuci dengan kloroform sedikit, lapisan kloroform dikeluarkan lagi dan dicampurkan pada corong pemisah II. Ekstraksi diulang sebanyak 2 kali, tiap kali dengan 10 ml CHCl₃. Jika warna biru pada lapisan air hilang atau menjadi pucat, diulangi dengan contoh yang lebih kecil.

Sebanyak 50 ml larutan pencuci ditambahkan ke dalam larutan ekstrak CHCl₃ gabungan (corong pemisah II). Dikocok kuat selama 30 detik. Pada cara kerja ini tidak terjadi emulsi. Kedua lapisan dibiarkan memisah. Lapisan bawah (CHCl₃) dikeluarkan melalui Glass Wool, dan

dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml (jaga agar lapisan air tidak terbawa). Ekstraksi diulangi terhadap larutan pencuci dengan kloroform, masing-masing 10 ml sebanyak 2 kali. Corong pemisah dan *Glass Wool* dicuci dengan 10 ml CHCl_3 dan disatukan dengan larutan ekstrak di atas, ditambah kloroform sampai 100 ml

Serapan dibaca pada pengukuran satu panjang gelombang, beda absorban untuk pengamatan pada tiga panjang gelombang. Dan beda absorban rata-rata untuk derivatif modern. Dibandingkan dengan blanko CHCl_3 .

Uji linearitas dilakukan berdasarkan metode Funk (1992) dalam Indrayanto (1999).

4.4.2 Penentuan IDR

Penyiapan larutan untuk penentuan IDR dibuat dengan rentang konsentrasi 25-180% dari konsentrasi yang diperkirakan dalam contoh. Dalam hal ini 0,5-2,0 ppm, sehingga konsentrasi dibuat dalam kisaran 0,125 ppm sampai 3,6 ppm. Konsentrasi seri larutan yang dibuat berturut-turut sebagai berikut : 0,125; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 0,9; 1,0; 1,5; 2,00; 2,5; 3,00; dan 3,6 ppm. Larutan ini dibuat dengan mengambil 1,25; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 9,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; 30,0; dan 36,0 ml larutan LAS standar 10 ppm kemudian diencerkan menjadi 100 ml dengan akuades. Seri larutan ini kemudian dikerjakan menurut langkah penyiapan larutan contoh dan diukur berdasarkan cara terbaik berdasarkan hasil validasi linearitas.

4.4.3 Penentuan Akurasi dan Presisi

Penentuan akurasi dan presisi dilakukan dengan metode adisi pada contoh buatan, yaitu dengan penambahan standar LAS 10 ppm ke dalam seri larutan contoh berturut-turut sebanyak 3 ml ke dalam 500 ml; 3 ml, 5 ml, 7,5 ml ke dalam 250 ml; 4 ml, 5 ml, 10 ml dan 20 ml ke dalam 100 ml. Seri larutan yang terjadi adalah : 0,06; 0,12; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 1,00; dan 2,0 ppm. Penyiapan contoh dilakukan seperti pada butir 4.4.1. Masing-masing cara pembacaan absorban dilakukan sebagai berikut :

- panjang gelombang 652 nm untuk pengukuran satu panjang gelombang,
- panjang gelombang 642-652-662 nm untuk pengukuran pada tiga panjang gelombang.
- rentang panjang gelombang berdasarkan panjang gelombang maksimum masing-masing dari spektrum basal dan spektrum derivatif yang terbentuk.

Hasil penentuan ini dinyatakan sebagai % recovery (perolehan kembali). Harga perolehan kembali dihitung dari data-data percobaan ini.

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{harga yang diperoleh dari pengamatan}}{\text{harga sebenarnya}} \times 100\%$$

Hasil uji akurasi dengan nilai recovery dibandingkan dengan nilai recovery dalam kisaran yang dipersyaratkan untuk bahan alam

(bioanalisis). Berdasarkan Hartmann (1994), untuk bioanalisis batas recovery dapat berkisar dari 10 sampai 20%.

Presisi dihitung berdasarkan harga KV (Koefisien Variasi), yaitu :

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

dimana : KV = Koefisien Variasi

SD = simpangan baku

\bar{x} = kadar rata-rata

Dari perhitungan ini, untuk analisis bahan alam dan bioanalit presisi cukup memadai dengan harga KV di bawah $\pm 10\%$ (Buicks, 1990).

4.5 Penentuan Kadar LAS dalam Contoh

Contoh dalam penelitian ini adalah : air minum PDAM, air sungai, contoh dengan interferensi anion SCN^- , dan contoh dengan interferensi NO_3^- . Dua contoh yang terakhir digunakan untuk melihat selektifitas metode baru yang dihasilkan, dijelaskan pada butir 4.6 di bawah.

Dalam pengukuran, air minum PDAM dan air sungai diperkaya dengan standar untuk menguji recovery yang diperoleh. Air minum PDAM diperkaya dengan standar LAS dengan 6 seri konsentrasi larutan sebagai berikut : 0,12; 0,24; 0,48; 0,60; 0,84; dan 1,00 ppm. Untuk air sungai dibuat 6 seri larutan dengan konsentrasi standar LAS : 0,58; 1,50; 2,50; 3,50; 4,50; dan 5,00 ppm. Penyiapan contoh dilakukan seperti butir 4.4.1.

4.6 Pengamatan Selektifitas

Untuk melihat apakah cara derivatif dapat membedakan spektrum MBAS antara LAS dengan pengganggu dan untuk melihat kehandalan derivatif modern dalam mengukur LAS dilakukan penambahan zat penginterferensi ke dalam contoh. Dalam hal ini percobaan dilaksanakan seperti cara Weber (1962) dan Moore (1956) masing-masing secara terpisah dengan konsentrasi 40 ppm anion SCN^- dan 10 ppm anion NO_3^- dalam larutan contoh. Larutan LAS disiapkan sebanyak lima konsentrasi berikut : 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; dan 2,5 ppm.

Penyiapan larutan dengan konsentrasi anion SCN^- di atas sebagai berikut : sebanyak 0,0669 g KSCN dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 100 ml. Konsentrasi yang dihasilkan adalah 400 ppm anion SCN^- . Sebanyak 10 ml larutan ini dimasukkan ke dalam contoh dengan volume total 100 ml. Sedangkan untuk anion NO_3^- 10 ppm disiapkan dengan cara menimbang 0,0137 g NaNO_3 dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 100 ml. Sebanyak 10 ml larutan ini dimasukkan ke dalam contoh dengan volume total 100 ml. Preparasi contoh dilakukan seperti butir 4.4.1 dan diukur dengan cara terbaik berdasarkan hasil validasi sebelumnya.

Perhitungan :

Kadar deterjen (LAS) dari contoh ditentukan dengan kurva kalibrasi, kemudian untuk menghitung mg/l deterjen (total LAS) dalam contoh digunakan rumus sebagai berikut :

- Penyesuaian volume contoh tanpa pengenceran :

$$\text{mg/l MBAS} = \frac{\mu\text{g LAS}}{\text{ml contoh yang diambil}} \quad \dots\dots\dots(4.1)$$

atau :

$$\text{mg/l MBAS} = \frac{\text{mg LAS}}{\text{liter contoh yang diambil}} \quad \dots\dots\dots(4.2)$$

$\mu\text{g LAS}$ (persamaan (4.1)) atau mg LAS (persamaan (4.2)) harus sudah dikoreksi dengan blanko.

mg/l MBAS dihitung sebagai LAS

- Penyesuaian volume contoh dengan pengenceran

Misalkan x = konsentrasi yang diperoleh dari persamaan kurva standar (ppm)

y = konsentrasi blanko (ppm)

Maka, konsentrasi LAS terkoreksi = $x - y$

= x' ppm

Jika faktor pengenceran = m , (misalkan diambil harga 100/80)

Maka, konsentrasi LAS sesungguhnya = $m \times (x')$ ppm

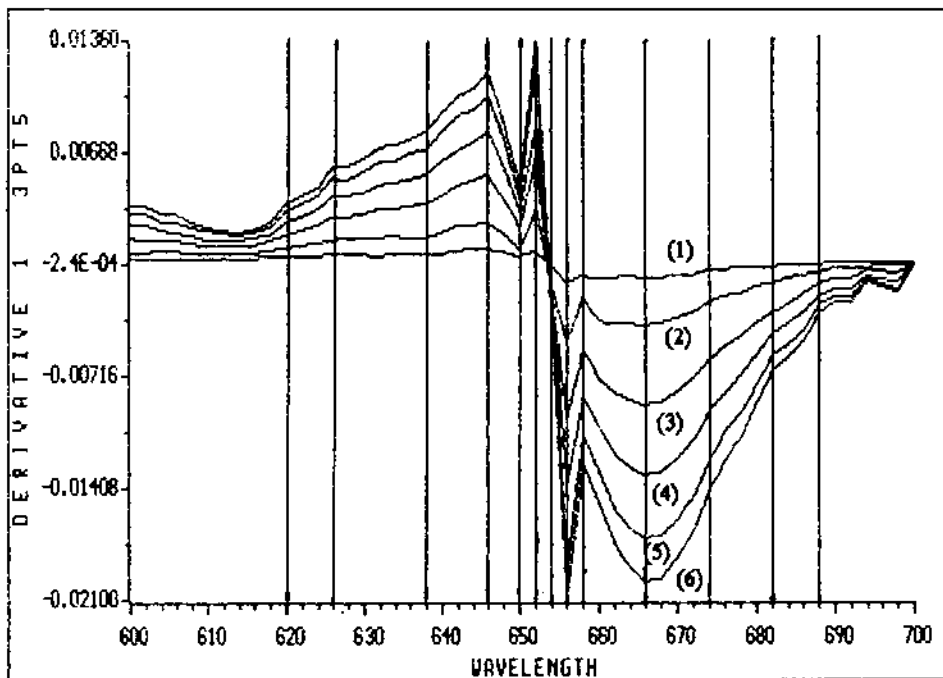
= $(100/80) \times (x')$ ppm

BAB 5

ANALISIS HASIL PENELITIAN

5.1 Data Linearitas

Linearitas pada penelitian ini terdiri dari tiga macam pengukuran, Pertama, pengukuran beda absorban rata-rata sebanyak 26 rentang pengukuran pada spektrum derivatif pertama (Gambar 5.1). Kedua, pengukuran absorban dengan satu panjang gelombang (λ) masing-masing pada λ 652 nm dan λ 654 nm. Ketiga, pengukuran dengan tiga λ masing-masing dengan $\lambda_2 = 652$ nm, $\lambda_3 = 642$ nm dan $\lambda_1 = 662$ nm dan $\lambda_2 = 654$ nm, $\lambda_3 = 644$ nm dan $\lambda_1 = 664$ nm.

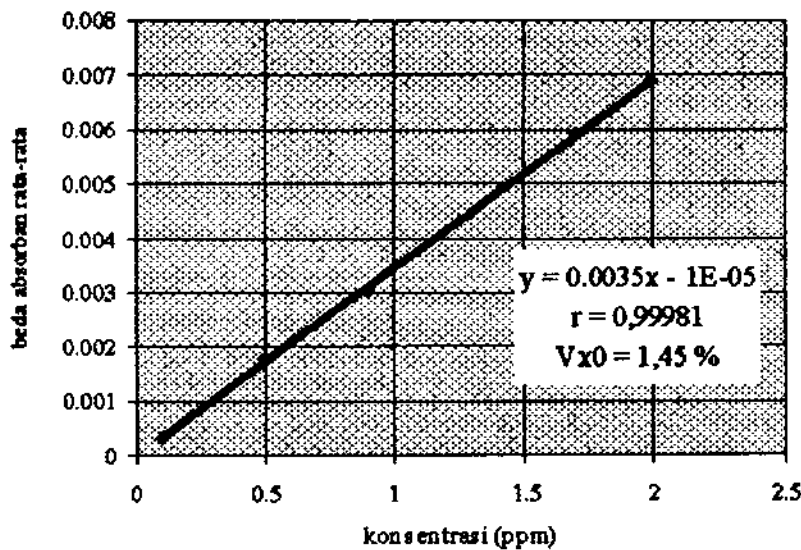


Gambar 5.1. Spektrum Derivatif Pertama Kompleks MBAS dengan Konsentrasi : (1) 0,0996; (2) 0,4980; (3) 0,8964; (4) 1,2948; (5) 1,6932; dan (6) 1,9920 ppm untuk Penetapan Rentang λ Pengukuran.

5.1.1 Penetapan Linearitas Pada Spektrum Derivatif

Semua penetapan linearitas dilakukan dengan konsentrasi yang sama, yaitu konsentrasi dari seri larutan standar (0,0996; 0,4980; 0,8964; 1,2948; 1,6932; dan 1,9920 ppm). Data penetapan linearitas pada spektrum derivatif dapat dilihat pada Tabel 5.1.

Hasil penetapan linearitas di atas disajikan masing-masing dengan kurva sebagai berikut :



Gambar 5.2. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 620-626 nm

Tabel 5.1. Data Beda Absorban Rata-Rata Pada Penetapan Linearitas Standar LAS Dari Spektrum Derivatif Pertama

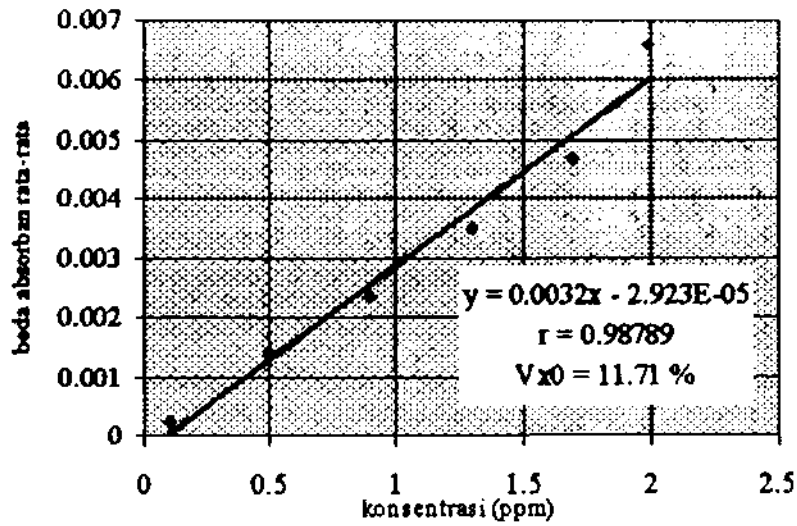
Konsentrasi Standar (ppm) (1)	Beda Absorban Rata-Rata (2)										
	620-626	620-638	620-646	620-650	626-638	626-646	626-650	638-646	638-650	638-646	638-650
0,0996	0,00032	0,00023	0,00046	0,00031	0,00027	0,00036	0,00036	0,00066	0,00036	0,00042	
0,4980	0,00178	0,00138	0,00251	0,00167	0,00156	0,00189	0,00183	0,00339	0,00183	0,00207	
0,8964	0,00304	0,00236	0,00424	0,00279	0,00266	0,00318	0,00306	0,00569	0,00306	0,00343	
1,2948	0,00446	0,00351	0,00629	0,00414	0,00397	0,00473	0,00453	0,00842	0,00453	0,00507	
1,6932	0,00592	0,00470	0,00836	0,00550	0,00532	0,00628	0,00601	0,01110	0,00601	0,00669	
1,9920	0,00688	0,00659	0,00978	0,00643	0,00624	0,00735	0,00703	0,01298	0,00703	0,00782	

Lanjutan

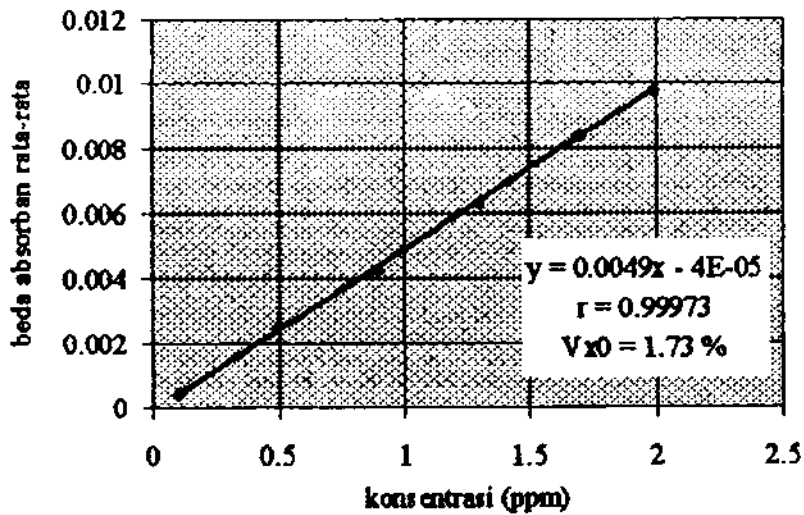
(1)	(2)										
	646-650	652-654	652-656	652-658	654-656	654-658	656-658	658-666	658-674	658-666	658-674
0,0996	0,00047	0,00021	-0,00047	-0,00031	-0,00112	-0,00099	-0,00136	-0,00091	-0,00078		
0,4980	0,00195	0,00218	-0,00134	-0,00163	-0,00508	-0,00416	-0,00519	-0,00386	-0,00376		
0,8964	0,00312	0,00418	-0,00211	-0,00271	-0,00948	-0,00777	-0,01014	-0,00654	-0,00644		
1,2948	0,00461	0,00661	-0,00295	-0,00385	-0,01357	-0,01119	-0,01468	-0,00968	-0,00965		
1,6932	0,00601	0,00785	-0,00366	-0,00504	-0,01572	-0,01336	-0,01745	-0,01287	-0,01292		
1,9920	0,00705	0,00890	-0,00428	-0,00581	-0,01834	-0,01553	-0,02026	-0,01501	-0,01516		

Lanjutan

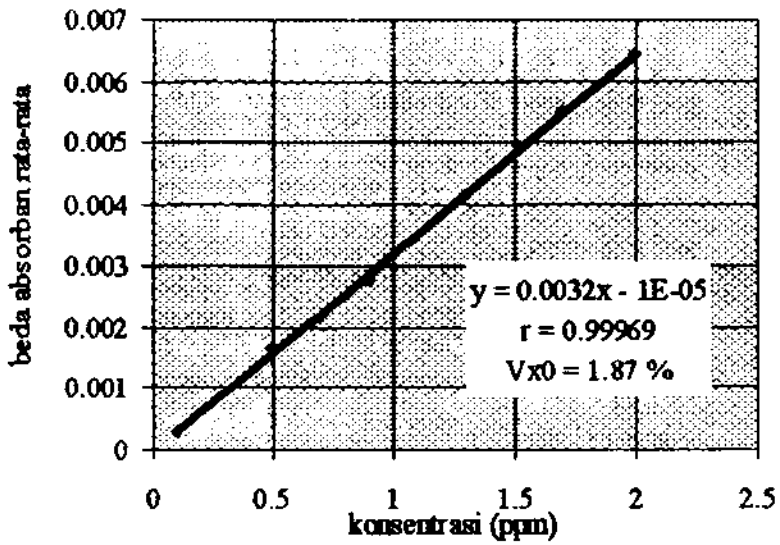
(1)	(2)									
	638-682	658-688	666-674	666-682	666-688	674-682	674-688	682-688		
0,0996	-0,00064	-0,00056	-0,00068	-0,00051	-0,00044	-0,00033	-0,00028	-0,00016		
0,4980	-0,00323	-0,00282	-0,00381	-0,00300	-0,00251	-0,00213	-0,00172	-0,00108		
0,8964	-0,00554	-0,00485	-0,00660	-0,00521	-0,00438	-0,00374	-0,00305	-0,00191		
1,2948	-0,00830	-0,00728	-0,00997	-0,00790	-0,00664	-0,00573	-0,00467	-0,00288		
1,6932	-0,01122	-0,00983	-0,01344	-0,01070	-0,00898	-0,00786	-0,00635	-0,00393		
1,9920	-0,01314	-0,01152	-0,01584	-0,01262	-0,01059	-0,00930	-0,00749	-0,00464		



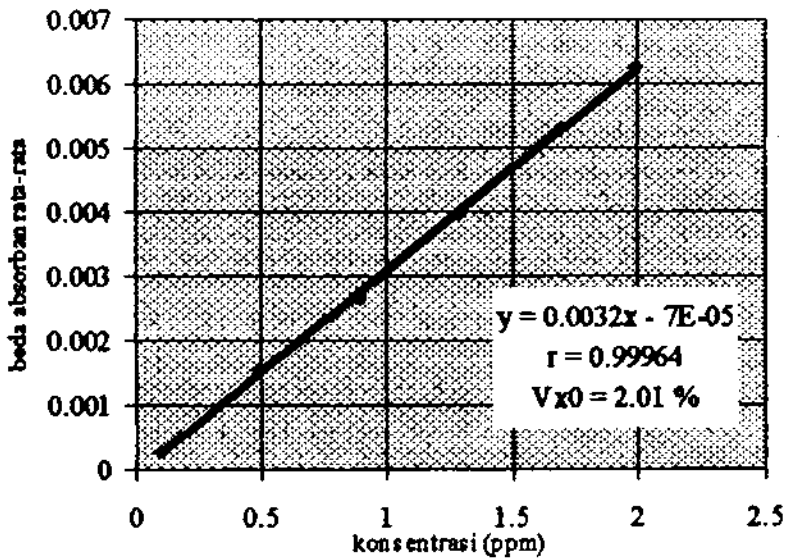
Gambar 5.3. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 620-638 nm



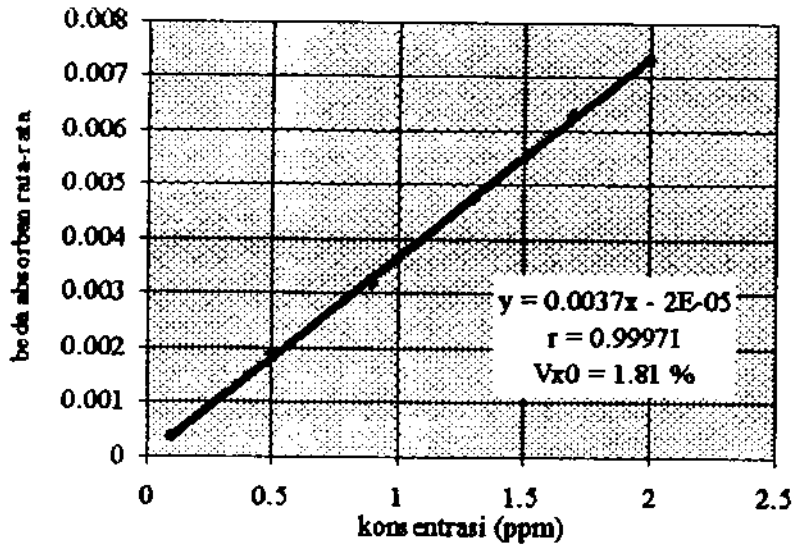
Gambar 5.4. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 620-646 nm



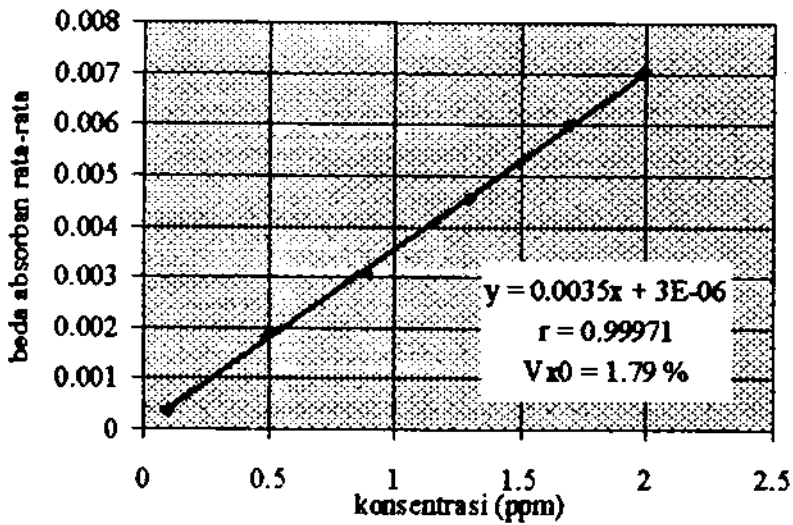
Gambar 5.5. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 620-650 nm



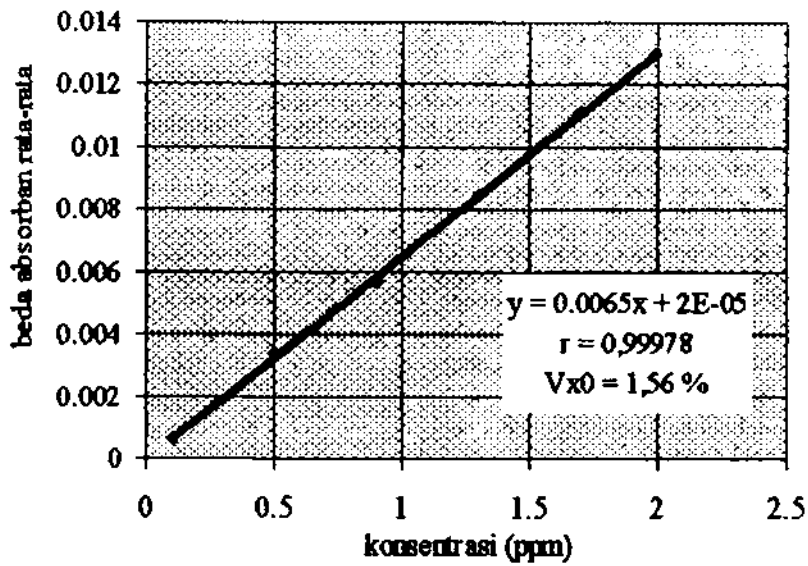
Gambar 5.6. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 626-638 nm



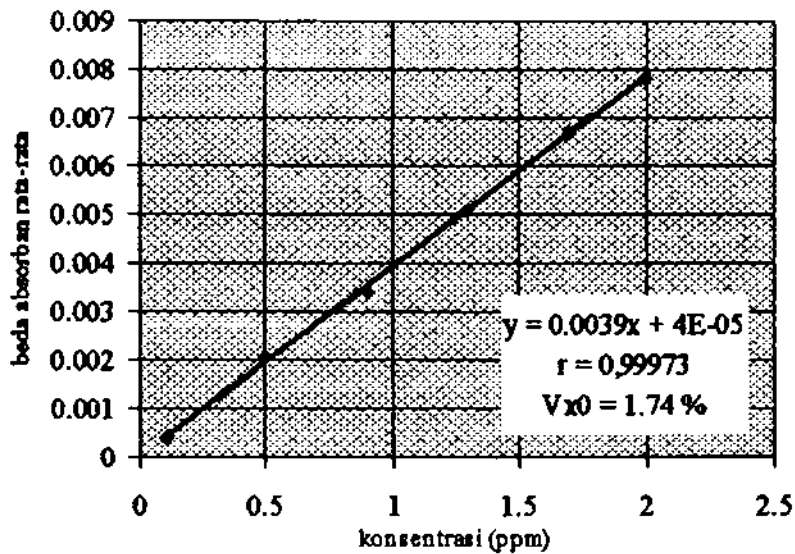
Gambar 5.7. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 626-646 nm



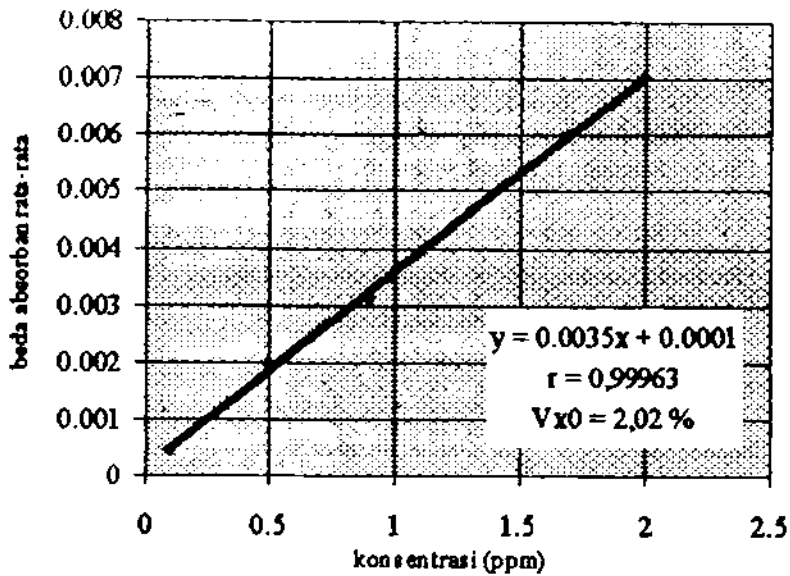
Gambar 5.8. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 626-650 nm



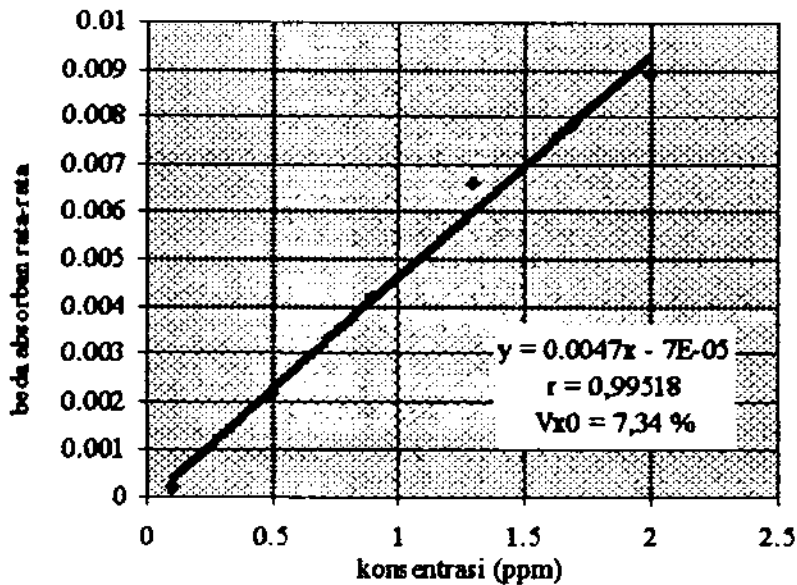
Gambar 5.9. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 638-646 nm



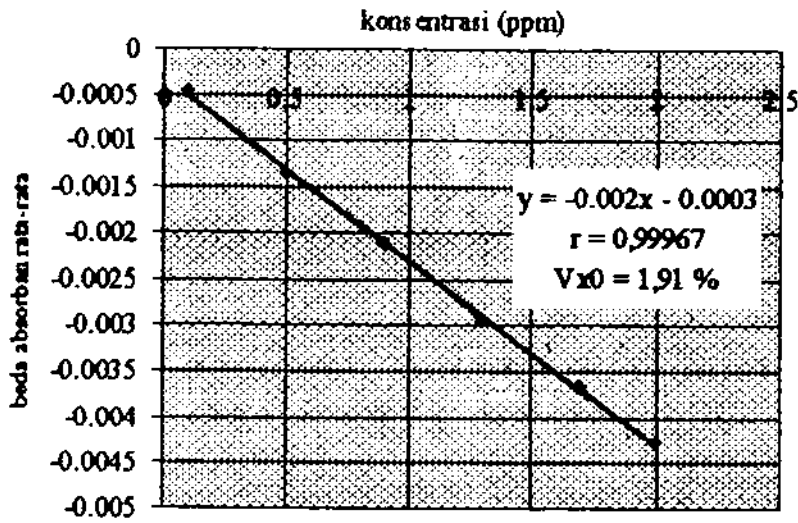
Gambar 5.10. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 638-650 nm



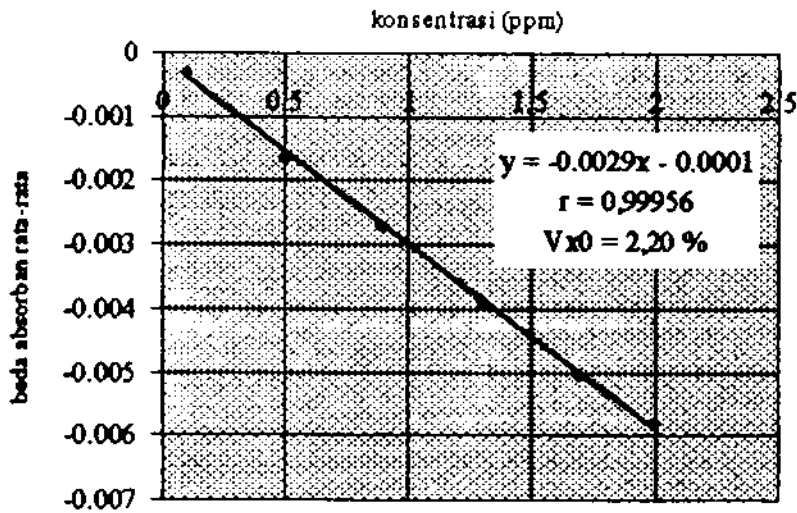
Gambar 5.11. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 646-650 nm



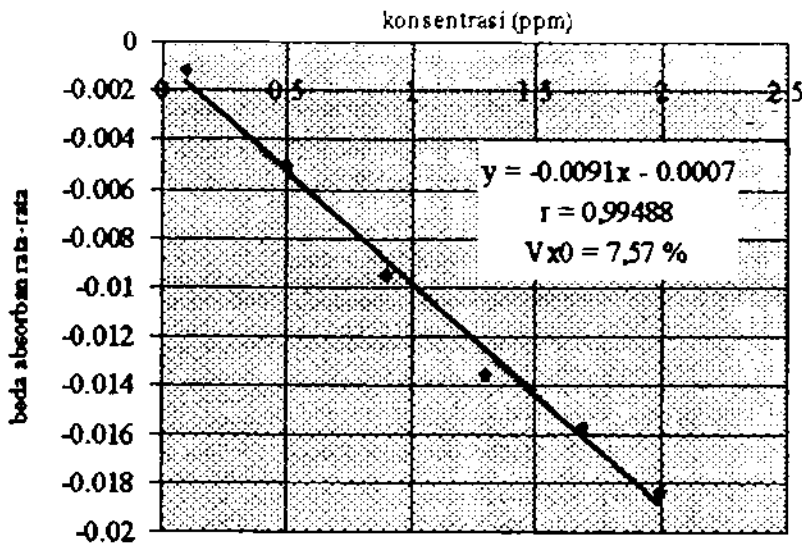
Gambar 5.12. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 652-654 nm



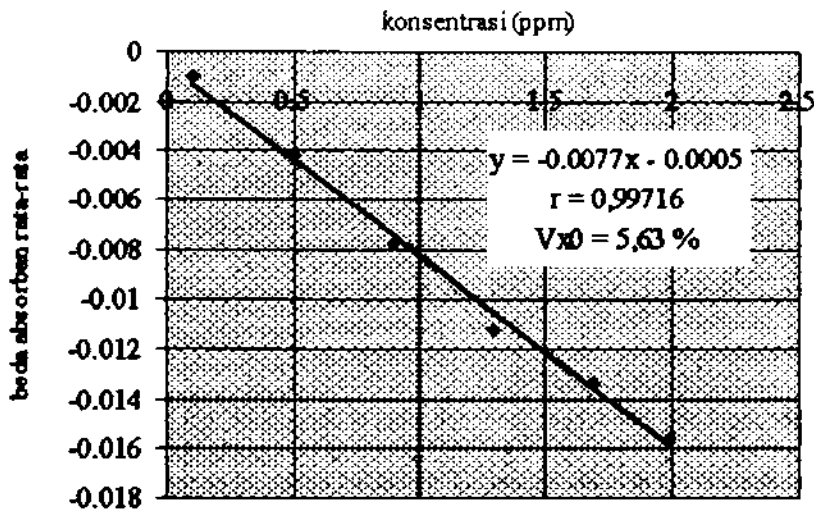
Gambar 5.13. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 652-656 nm



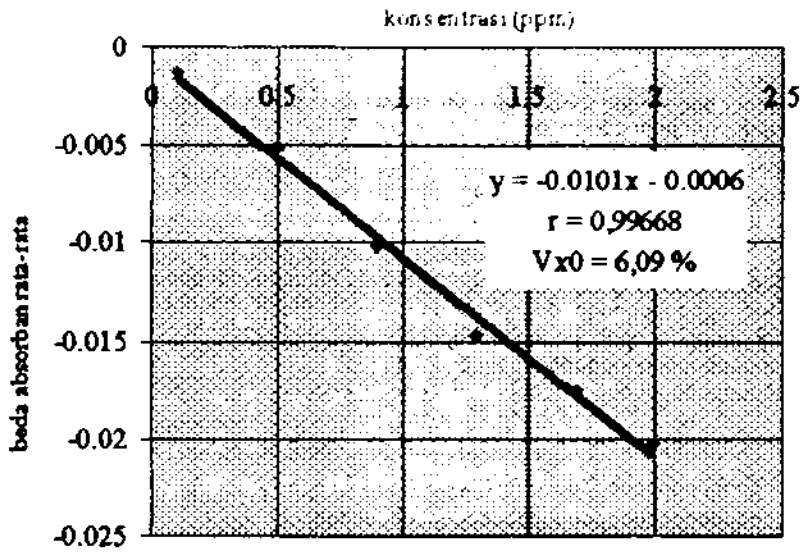
Gambar 5.14. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 652-658 nm



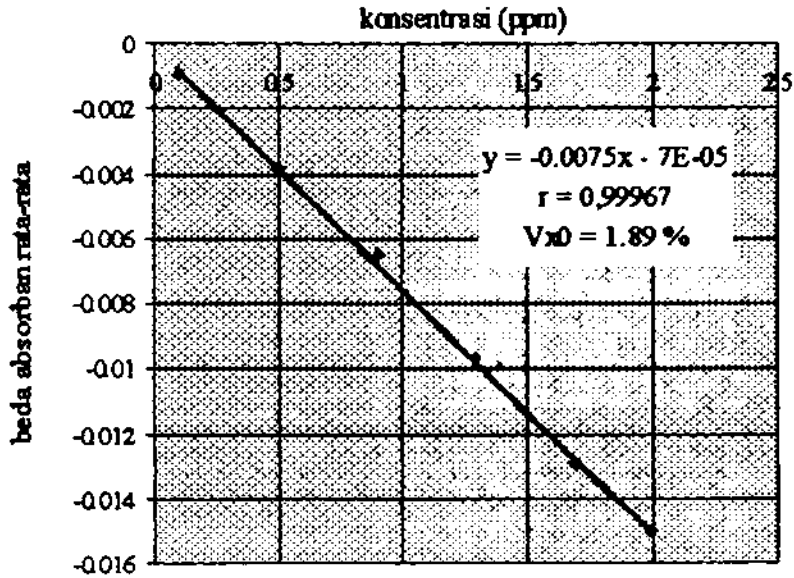
Gambar 5.15. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 654-656 nm



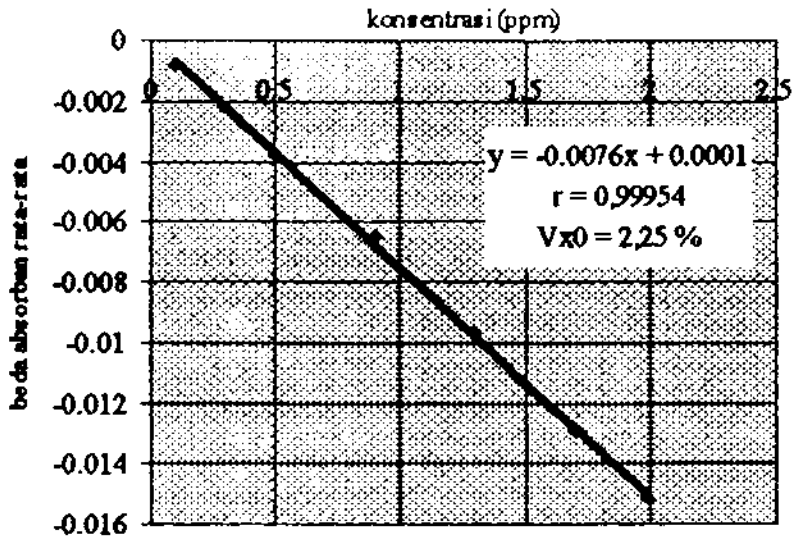
Gambar 5.16. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 654-658 nm



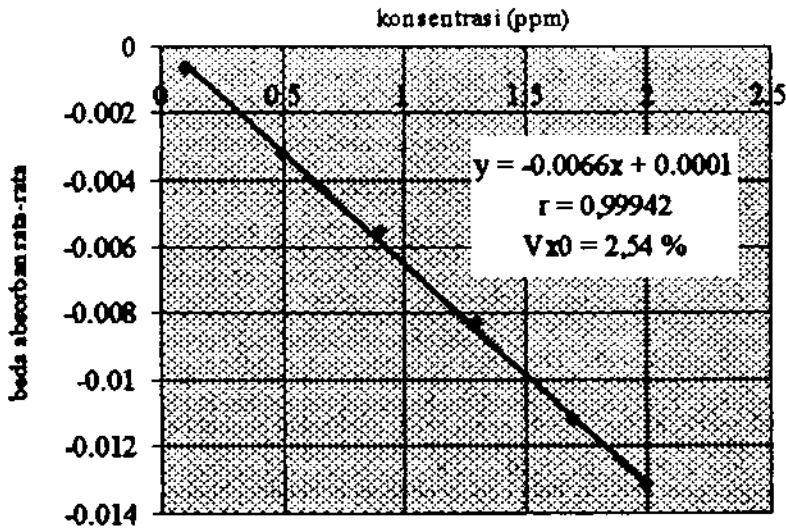
Gambar 5.17. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 656-658 nm



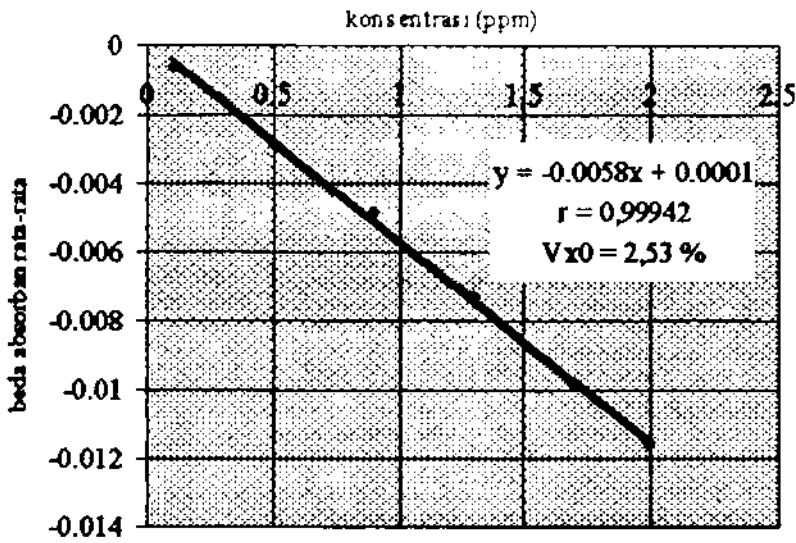
Gambar 5.18. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 658-666 nm



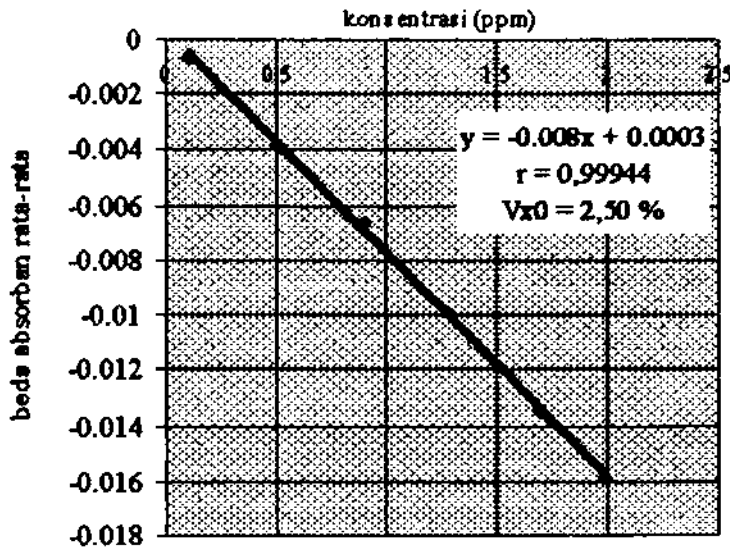
Gambar 5.19. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 658-674 nm



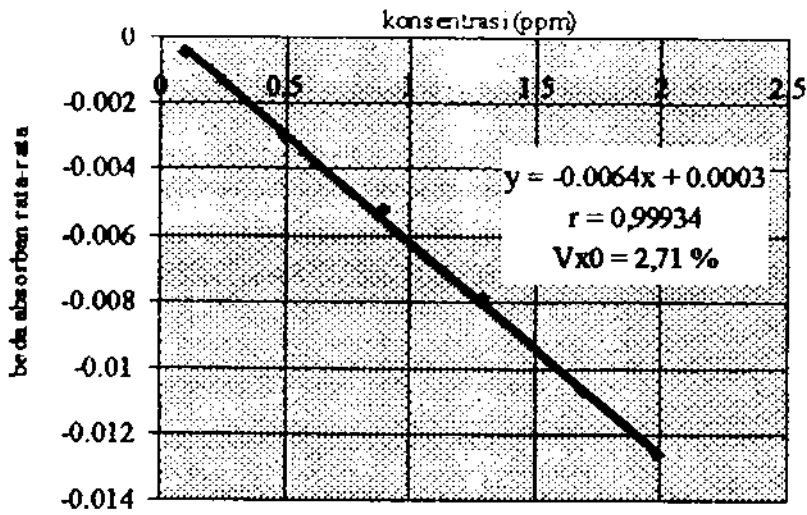
Gambar 5.20. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 658-682 nm



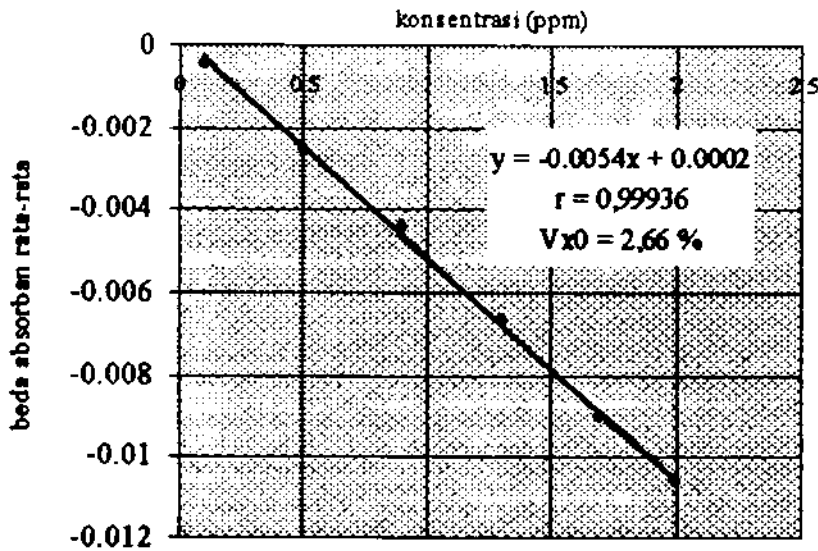
Gambar 5.21. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 658-688 nm



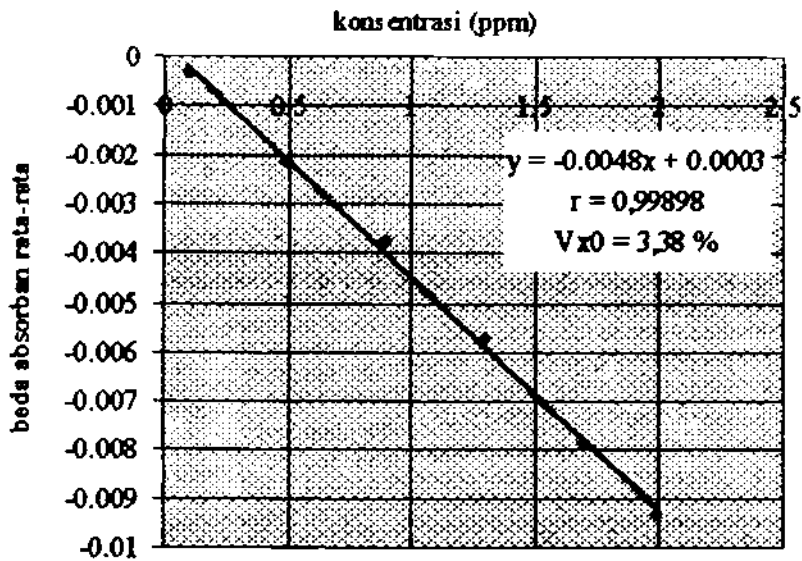
Gambar 5.22. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 666-674 nm



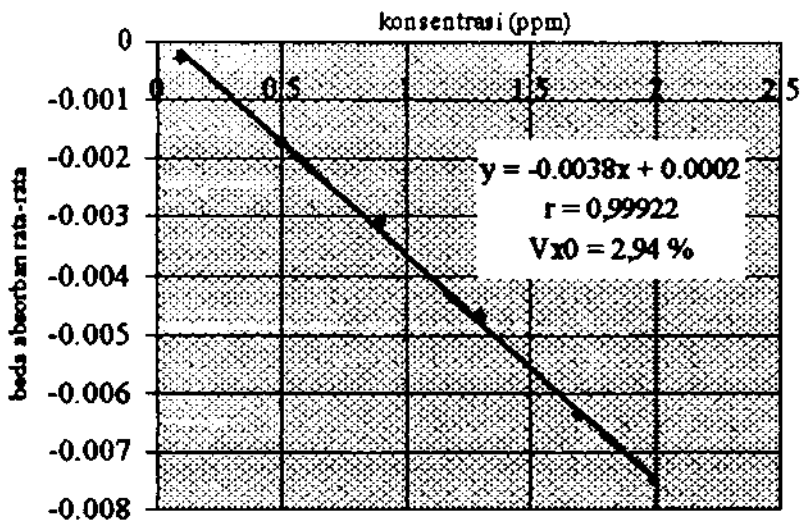
Gambar 5.23. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 666-682 nm



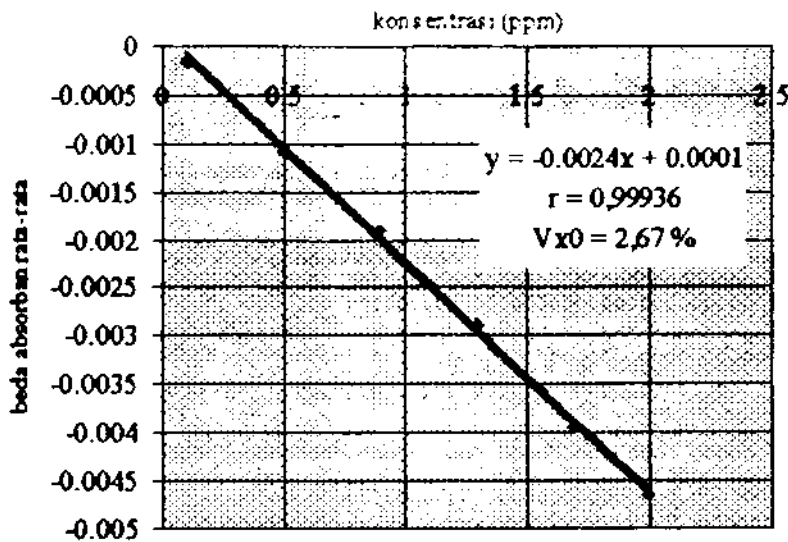
Gambar 5.24. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 666-688 nm



Gambar 5.25. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 674-682 nm



Gambar 5.26. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 674-688 nm

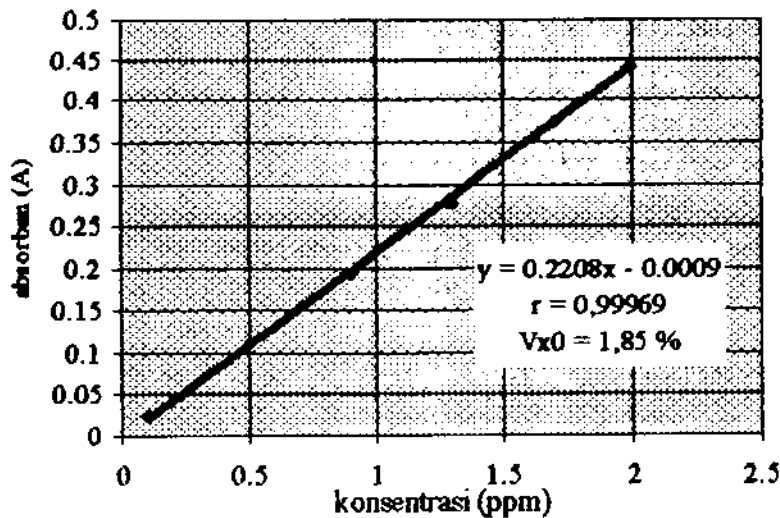


Gambar 5.27. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Rentang Pembacaan 682-688 nm

5.1.2 Penetapan Linearitas Pada Spektrum Basal Dengan Satu Panjang Gelombang dan Tiga Panjang Gelombang

Data penetapan liniaritas pada bagian ini disajikan pada Tabel 5.2.

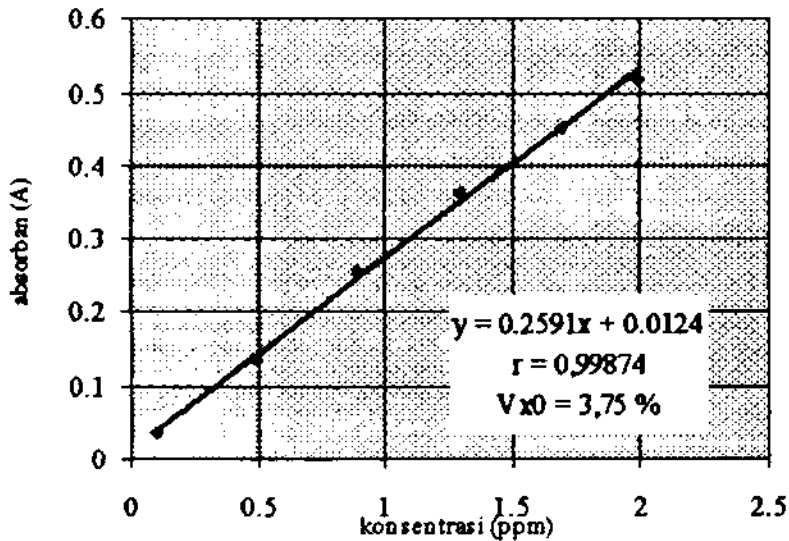
Kurva linearitasnya dapat dilihat pada Gambar 5.28, 5.29, 5.30 dan 5.31 berikut.



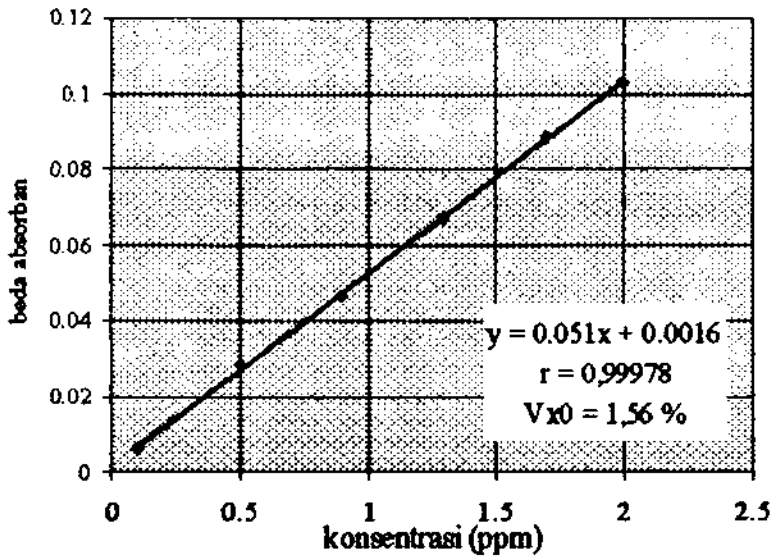
Gambar 5.28. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Panjang Gelombang 652 nm

Tabel 5.2. Data Absorban Pada Pengamatan Dengan Satu Panjang Gelombang 652 nm dan 654 nm dan Beda Absorban Pada Pengamatan Dengan Tiga Panjang Gelombang Pada Spektrum Basal Untuk Penetapan Linearitas Standar LAS

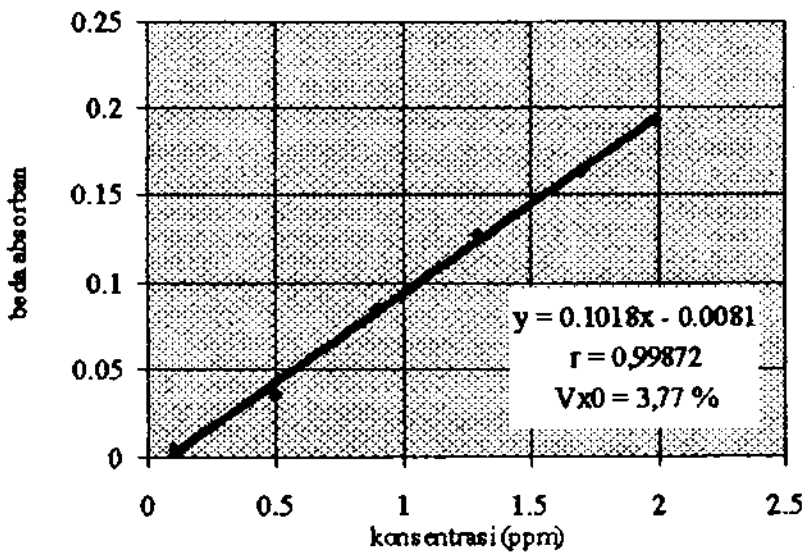
Konsentrasi (ppm)	Absorban		Beda Absorban (ΔA)	
	652 nm	654 nm	642, 652, 662 nm	644, 654, 664 nm
0,0996	0,02389	0,03429	0,00626	0,00487
0,4980	0,11055	0,13363	0,02818	0,03613
0,8964	0,19350	0,25388	0,04630	0,08491
1,2948	0,27874	0,36089	0,06729	0,12745
1,6932	0,37474	0,45136	0,08842	0,16330
1,9920	0,44252	0,51805	0,10302	0,19385



Gambar 5.29. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Panjang Gelombang 654 nm



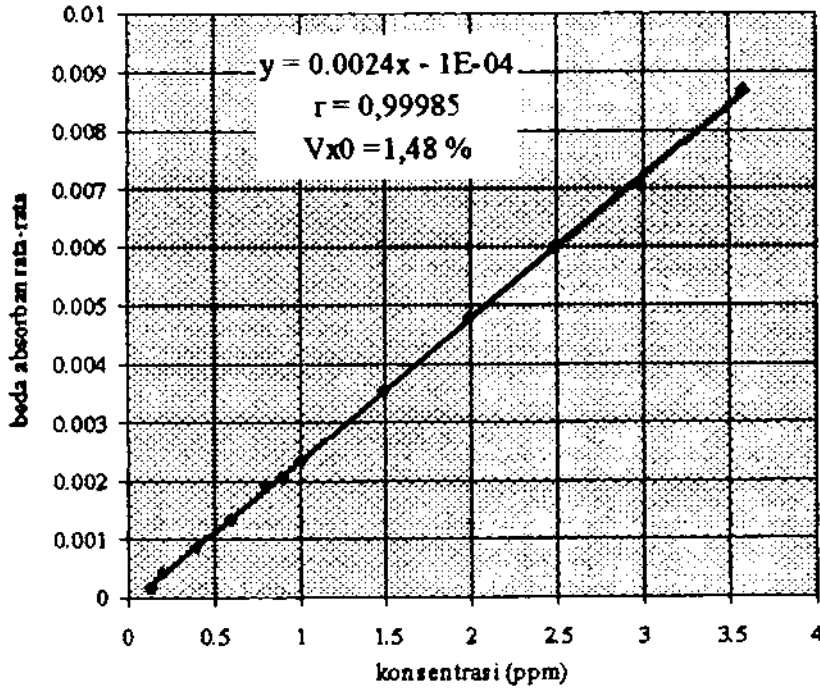
Gambar 5.30. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Tiga PanjangGelombang 642, 652, dan 662 nm



Gambar 5.31. Kurva Penetapan Linearitas Standar LAS Pada Tiga PanjangGelombang 644, 654, dan 664 nm

5.2 Pengamatan IDR

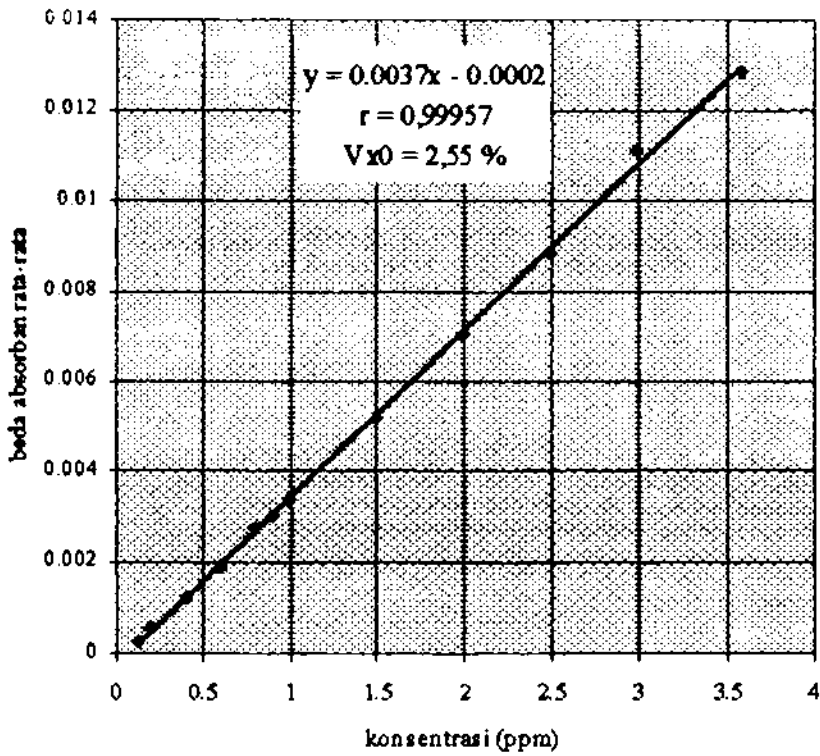
Data pengamatan IDR dapat dilihat pada Tabel 5.3. Hasil-hasil validasinya dapat dilihat pada Gambar sebagai berikut.



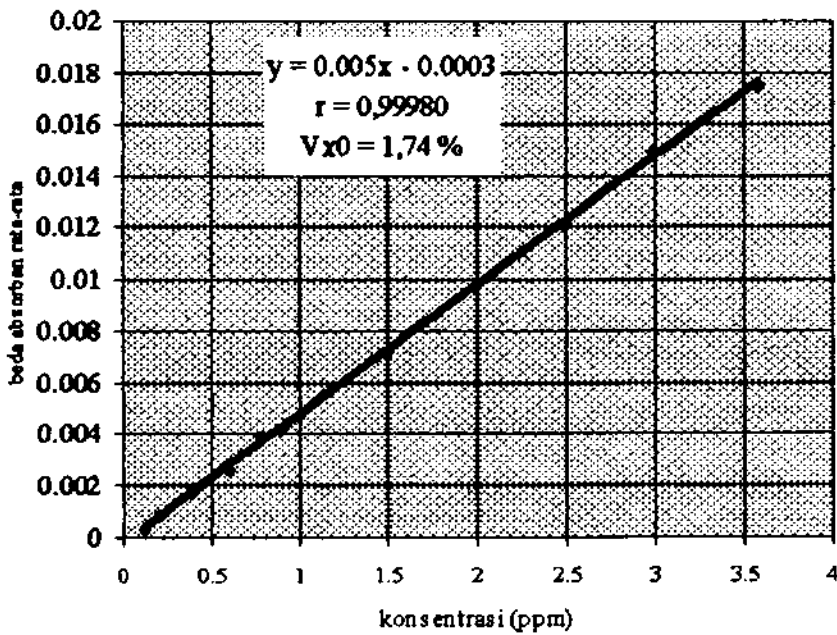
Gambar 5.32. Kurva IDR pada rentang 620-626 nm

Tabel 5.3. Data Pengamatan IDR

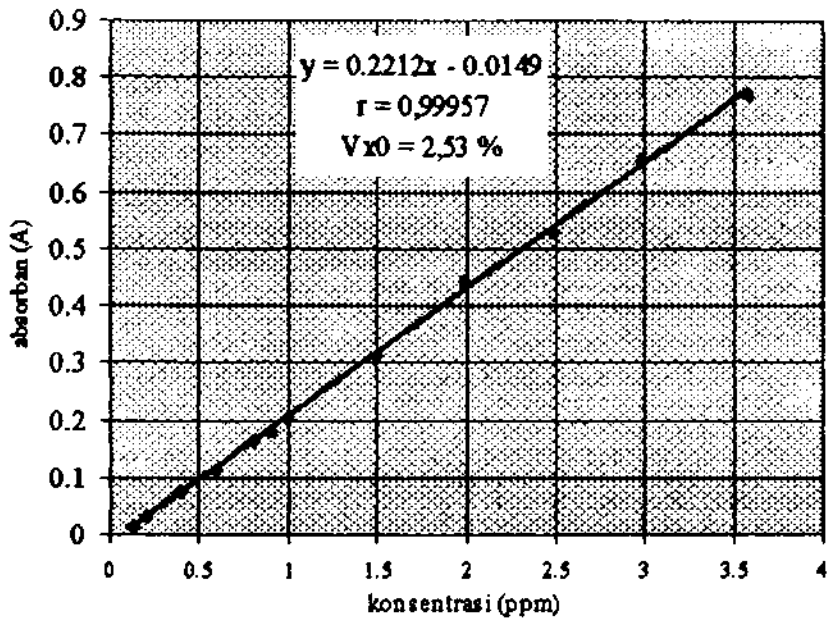
Konsentrasi Standar (ppm) (1)	Beda Absorban Rata-Rata (ΔA)			Absorban (A)			Beda Absorban (ΔA)		
	620-626 nm	620-646 nm	638-646 nm	652 nm	654 nm	642, 652, 662 nm	644, 654, 664 nm	644, 654, 664 nm	
0.1295	0.00018	0.00025	0.00035	0.01390	0.02141	0.00374	0.01156	0.01156	
0.1992	0.00041	0.00056	0.00079	0.03090	0.05878	0.00783	0.03622	0.03622	
0.3984	0.00087	0.00124	0.00171	0.07278	0.10740	0.01623	0.05217	0.05217	
0.5976	0.00134	0.00190	0.00260	0.11195	0.16479	0.02461	0.07938	0.07938	
0.7968	0.00189	0.00276	0.00381	0.16306	0.22177	0.03494	0.09667	0.09667	
0.8964	0.00206	0.00303	0.00413	0.18097	0.25218	0.03824	0.11280	0.11280	
0.9960	0.00234	0.00341	0.00467	0.20316	0.28067	0.04311	0.12434	0.12434	
1.4940	0.00356	0.00522	0.00714	0.31180	0.42506	0.06551	0.18449	0.18449	
1.9920	0.00478	0.00703	0.00961	0.44252	0.58946	0.08791	0.24464	0.24464	
2.4900	0.00600	0.00884	0.01207	0.52910	0.71385	0.11031	0.30478	0.30478	
2.9880	0.00706	0.01111	0.01493	0.65650	0.88900	0.13671	0.36493	0.36493	
3.5856	0.00869	0.01282	0.01750	0.76813	1.03152	0.15959	0.43710	0.43710	



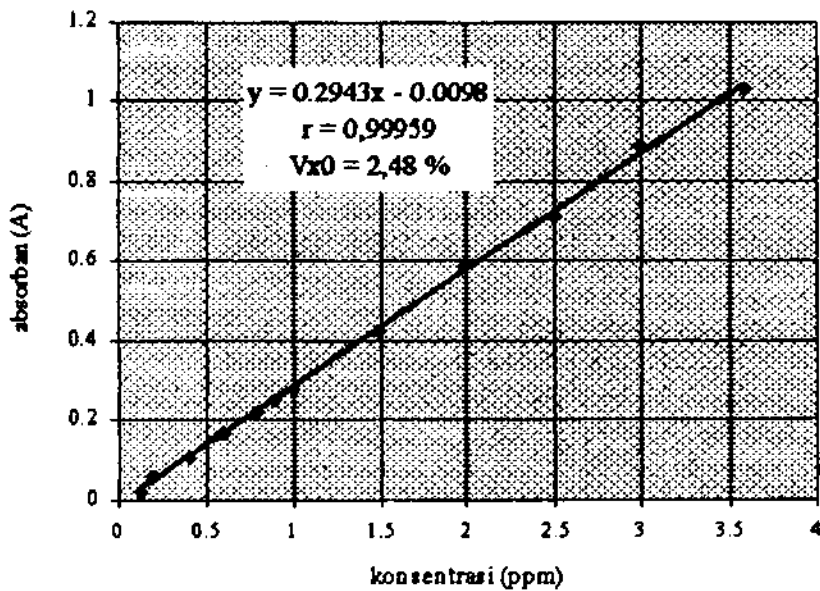
Gambar 5.33. Kurva IDR pada rentang 620-646 nm



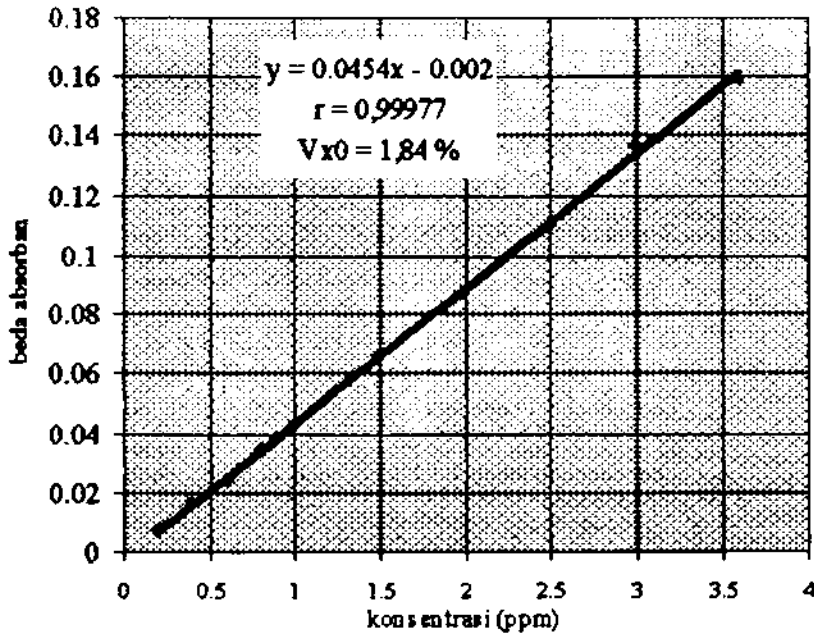
Gambar 5.34. Kurva IDR pada rentang 638-646 nm



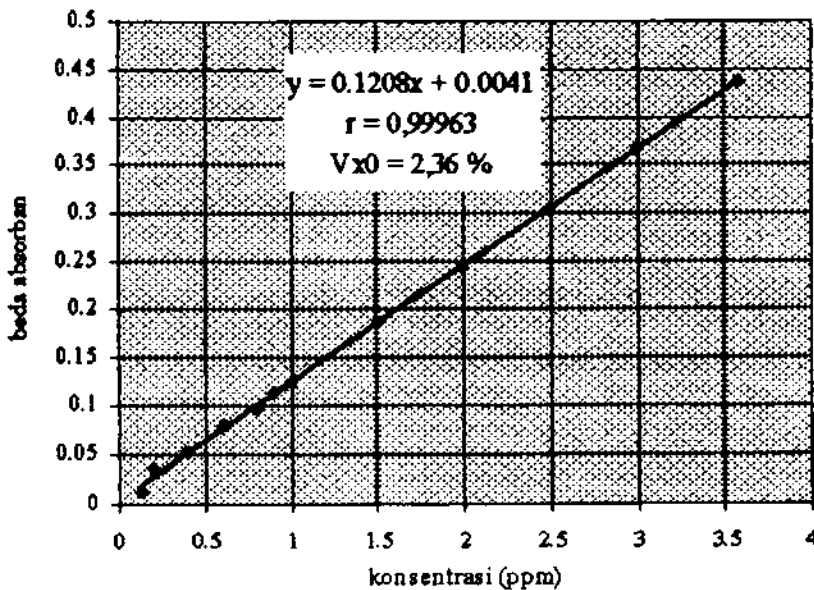
Gambar 5.35. Kurva IDR pada Panjang Gelombang 652 nm



Gambar 5.36. Kurva IDR pada Panjang Gelombang 654 nm



Gambar 5.37. Kurva IDR pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang 642, 652, dan 662 nm



Gambar 5.38. Kurva IDR pada Pengamatan Tiga Panjang Gelombang 644, 654, dan 664 nm

Tabel 5.4. Rangkuman Hasil Validasi Pada Rentang Panjang Gelombang Terpilih Terhadap Larutan Standar LAS

Rentang (nm)	Persamaan Garis Regresi	Nilai r	Nilai V_{x0} (%)	X_p
620 – 626	$y = -1.022313E-05 + 3.469469E-03x$	0.99981	1.45	0.0837
620 – 638	$y = -2.923004E-05 + 3.170189E-03x$	0.98788	11.71	0.6320
620 – 646	$y = -3.852994E-05 + 4.92295E-03x$	0.99973	1.73	0.0998
620 – 650	$y = -1.230009E-05 + 3.230429E-03x$	0.99969	1.87	0.1077
626 – 638	$y = -6.81148E-05 + 3.155497E-03x$	0.99964	2.01	0.1157
626 – 646	$y = -2.035097E-05 + 3.69356E-03x$	0.99971	1.81	0.1043
626 – 650	$y = 3.290687E-06 + 3.521819E-03x$	0.99971	1.79	0.1034
638 – 646	$y = 2.166186E-05 + 6.504484E-03x$	0.99978	1.56	0.0901
638 – 650	$y = 3.72525E-05 + 3.904307E-03x$	0.99973	1.74	0.1008
646 – 650	$y = 1.320449E-04 + 3.462733E-03x$	0.99963	2.06	0.1167
652 – 654	$y = -7.328958E-05 + 4.691032E-03x$	0.99518	7.34	0.4075
652 – 656	$y = -3.132269E-04 - 1.997318E-03x$	0.99967	1.91	0.1102
652 – 658	$y = -1.035464E-04 - 2.892913E-03x$	0.99956	2.20	0.1265
654 – 656	$y = -7.318199E-04 - 9.100877E-03x$	0.99488	7.44	0.4196
654 – 658	$y = -4.957517E-04 - 7.727138E-03x$	0.99716	5.63	0.3162
656 – 658	$y = -5.94441E-04 - 1.011945E-03x$	0.99668	6.09	0.3408
658 – 666	$y = -6.77634E-05 - 7.485854E-03x$	0.99967	1.90	0.1093
658 – 674	$y = 1.110531E-04 - 7.626865E-03x$	0.99954	2.25	0.1294
658 – 682	$y = 1.458782E-04 - 6.633499E-03x$	0.99942	2.54	0.1459
658 – 688	$y = 1.341851E-04 - 5.817904E-03x$	0.99942	2.53	0.1453
666 – 674	$y = 2.768058E-04 - 8.032257E-03x$	0.99944	2.50	0.1434
666 – 682	$y = 2.676678E-04 - 6.417363E-03x$	0.99934	2.71	0.1555
666 – 688	$y = 2.180506E-04 - 5.382809E-03x$	0.99936	2.66	0.1526
674 – 682	$y = 2.855589E-04 - 4.75801E-03x$	0.99898	3.38	0.1926
674 – 688	$y = 2.082752E-04 - 3.832198E-03x$	0.99922	2.94	0.1682
682 – 688	$y = 1.265178E-04 - 2.372429E-03x$	0.99936	2.67	0.1534

Keterangan :

- Nilai $V_{x0} \leq 2\%$: memenuhi syarat
 Nilai $2\% < V_{x0} \leq 5\%$: kurang memenuhi syarat
 Nilai $V_{x0} > 5\%$: tidak memenuhi syarat
 Nilai $X_p < 0.0996$: baik (untuk analisis kuantitatif)
 (0.0996 adalah nilai terkecil dalam seri larutan standar yang dibuat)
 Nilai $X_p \geq 0.0996$: tidak memenuhi syarat (yang diarsir)
 Nilai V_{x0} yang diarsir lebih dari 5% (tidak memenuhi syarat untuk bioanalisis, Indrayanto (1999))

Tabel 5.5. Rangkuman Hasil Validasi Pada Pengukuran Satu dan Tiga Panjang Gelombang Terhadap Larutan Standar LAS

λ Pengukuran (nm)	Persamaan Garis Regresi	Nilai r	Nilai V_{x0} (%)	Nilai X_p
652	$y = -9.431329E-04 + 0.2208216x$	0.99969	1.85	0.1067
654	$y = 0.0124142 + 0.2591311x$	0.99874	3.75	0.2135
642, 652, 662	$y = 1.563906E-03 + 0.0509865x$	0.99978	1.56	0.0904
644, 654, 664	$y = -8.137866E-03 + 0.1018439x$	0.99872	3.77	0.2143

Keterangan :

- Nilai $V_{x0} \leq 2\%$: memenuhi syarat
 Nilai $2\% < V_{x0} \leq 5\%$: kurang memenuhi syarat
 Nilai $V_{x0} > 5\%$: tidak memenuhi syarat
 Nilai $X_p < 0.0996$: baik (untuk analisis kuantitatif)
 (0.0996 adalah nilai terkecil dalam seri larutan standar yang dibuat)
 Nilai $X_p \geq 0.0996$: tidak memenuhi syarat (yang diarsir)

Tabel 5.6. Rangkuman Hasil Validasi IDR Terhadap Larutan Standar LAS

Panjang Gelombang	Persamaan Garis Regresi	Nilai r	Nilai V_{x0} (%)	Nilai X_p
620-626	$y = -9.68219E-05 + 2.4355991E-03x$	0,99985	1,48	0,0813
620-646	$y = -2.372585E-04 + 3,68383-03x$	0,99957	2,55	0,1402
638-646	$y = -2.878132E-04 + 4,996761E-03x$	0,99978	1,56	0,0904
652	$y = -1,494639E-02 + 0,2212169x$	0,99957	2,54	0,1391
654	$y = -9,831099E-03 + 0,294253x$	0,99959	2,48	0,1361
642, 652, 662	$y = -1,978747E-03 + 4,542976E-02x$	0,99977	1,84	0,1013
644, 654, 664	$y = 4,052475E-03 + 0,1207747x$	0,99963	2,36	0,1297

Keterangan :

- Nilai $V_{x0} \leq 2\%$: memenuhi syarat
 Nilai $2\% < V_{x0} \leq 5\%$: kurang memenuhi syarat
 Nilai $V_{x0} > 5\%$: tidak memenuhi syarat
 Nilai $X_p < 0.1295$: baik (untuk analisis kuantitatif)
 (0.1295 adalah nilai terkecil dalam seri larutan standar yang dibuat)
 Nilai $X_p \geq 0.1295$: tidak memenuhi syarat (yang diarsir)

5.3 Penentuan Akurasi dan Presisi

Data penetapan standar untuk penentuan akurasi dan presisi serta untuk penentuan konsentrasi LAS pada Contoh disajikan pada Tabel 5.7 berikut :

Tabel 5.7. Penetapan Standar Untuk Penentuan Akurasi dan Presisi dan Untuk Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh

Konsentrasi (ppm)	$y = \bar{\Delta A}$		$y = \Delta A$
	620-626 nm	638-646 nm	642-652-662 nm
0,0996	0,00021	0,00045	0,00504
0,4980	0,00116	0,00231	0,02269
0,8964	0,00200	0,00388	0,03728
1,2948	0,00293	0,00574	0,05418
1,6932	0,00388	0,00757	0,07119
1,9920	0,00452	0,00885	0,08294
Persamaan Regresi	$y = -9,201E-06$ $+ 2,279E-03x$	$y = 1,409E-05$ $+ 4,436E-03x$	$y = 1,261E-03$ $+ 4,105E-02x$
r	0,9998684	0,9997828	0,9997803
Vx0	1,21%	1,55%	1,56%
Xp	0,0701	0,0898	0,0903

Hasil pengukuran beda absorban rata-rata dan beda absorban terhadap larutan contoh untuk penentuan akurasi dan presisi serta untuk penentuan konsentrasi LAS dalam contoh dapat dilihat pada Tabel 5.8 sebagai berikut.

Tabel 5.8. Hasil Pengukuran Beda Absorban Rata-Rata ($\overline{\Delta A}$) dan Beda Absorban (ΔA) Terhadap Larutan Contoh.

Contoh	$\overline{\Delta A}$		ΔA
	620-626 nm	638-646 nm	3λ 652 nm
Akuades	3,956E-04	7,177E-04	2,376E-03
	0,00095	0,00180	0,01138
	0,00094	0,00179	0,01316
	0,00141	0,00263	0,02068
	0,00201	0,00378	0,02973
	0,00103	0,00196	0,01646
	0,00122	0,00234	0,02036
	0,00234	0,00459	0,03861
	0,00466	0,00900	0,07690
Air PDAM	4,036E-04	9,977E-04	6,296E-03
	0,00091	0,00195	0,01719
	0,00159	0,00330	0,02983
	0,00117	0,00237	0,02262
	0,00145	0,00292	0,02748
	0,00204	0,00405	0,03842
	0,00237	0,00474	0,04296
	0,00237	0,00474	0,04296
Air Sungai	9,388E-04	1,429E-03	0,02151
	0,00158	0,00305	0,02850
	0,00351	0,00698	0,06632
	0,00459	0,00912	0,08608
	0,00446	0,00890	0,08522
	0,00410	0,00817	0,08073
	0,00457	0,00908	0,08930
Dengan Interferensi SCN ⁻	6,555E-05	3,977E-04	2,736E-03
	0,00118	0,00291	0,02746
	0,00229	0,00489	0,04636
	0,00353	0,00715	0,06722
	0,00448	0,00934	0,08738
	0,00453	0,00945	0,08764
Dengan Interferensi NO ₃ ⁻	2,996E-04	3,457E-04	2,736E-03
	0,00110	0,00212	0,02448
	0,00217	0,00431	0,04461
	0,00317	0,00630	0,06358
	0,00418	0,00832	0,08190
	0,00419	0,00830	0,08162

Tabel 5.9. Penentuan Akurasi dan Presisi pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,06012	0,06081	101,15	400	konsentrasi 0,025-0,08 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm
2	0,12024	0,12219	101,62	250	
3	0,20040	0,20468	102,14	250	
4	0,30060	0,30998	103,12	250	
5	0,40080	0,41156	102,68	100	
6	0,50100	0,49492	98,79	100	
7	1,00200	0,98634	98,44	100	
8	2,00400	2,00426	100,01	100	
Rata-rata (%)			100,99		
Standar Deviasi			1,75		
Koefisien Variasi (%)			1,73		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,04440 ppm

Koefisien Variasi (KV) < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.10. Penentuan Akurasi dan Presisi pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,06012	0,06100	101,46	400	konsentrasi 0,025-0,08 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm konsentrasi 0,08-0,40 ppm
2	0,12024	0,12049	100,21	250	
3	0,20040	0,19625	97,93	250	
4	0,30060	0,29995	99,78	250	
5	0,40080	0,39905	99,56	100	
6	0,50100	0,48720	99,75	100	
7	1,00200	0,99199	99,00	100	
8	2,00400	1,98624	99,11	100	
Rata-rata (%)			99,60		
Standar Deviasi			1,02		
Koefisien Variasi (%)			1,02		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,03966 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.11. Penentuan Akurasi dan Presisi dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)			
1	0,06012	0,05484	91,22	400	konsentrasi 0,025-0,08 ppm
2	0,12024	0,10916	90,78	250	konsentrasi 0,08-0,40 ppm
3	0,20040	0,18243	91,03	250	konsentrasi 0,08-0,40 ppm
4	0,30060	0,27062	90,03	250	konsentrasi 0,08-0,40 ppm
5	0,40080	0,36345	90,68	100	
6	0,50100	0,45847	91,51	100	
7	1,00200	0,90306	90,12	100	
8	2,00400	1,83585	91,61	100	
Rata-rata (%)			90,87		
Standar Deviasi			0,59		
Koefisien Variasi (%)			0,65		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,00679 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

5.4 Hasil Penentuan Konsentrasi LAS dalam Contoh dan Selektifitas

Hasil penentuan konsentrasi LAS ditabulasikan sebagai berikut :

Tabel 5.12. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,12024	0,11604	97,51	250	konsentrasi 0,08–0,4 ppm
2	0,24048	0,23539	97,88	250	
3	0,48096	0,47231	98,20	100	
4	0,60120	0,59496	98,96	100	
5	0,84168	0,85383	101,44	100	
6	1,00200	1,00202	100,00	100	
Rata-rata (%)			98,83		
Standar Deviasi			1,73		
Koefisien Variasi (%)			1,75		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,04528 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.13. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume Contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm) *			
1	0,58116	0,53529	92,11	100	pengenceran 80 : 100 pengenceran 55 : 100 pengenceran 40 : 100 pengenceran 40 : 100
2	1,50300	1,37675	91,60	100	
3	2,50500	2,31446	92,39	100	
4	3,50700	3,26278	93,04	100	
5	4,50900	4,09142	90,86	100	
6	5,01000	4,61137	91,96	100	
Rata-rata (%)			91,97		
Standar Deviasi			0,77		
Koefisien Variasi (%)			0,84		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,16638 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.14. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm) *			
1	0,5000	0.50041	100.08	100	pengenceran 80 : 100
2	1,0000	1.00821	100.00	100	
3	1,5000	1.54466	102.98	100	
4	2,0000	1.96148	98.07	100	
5	2,5000	2.47928	99,17	100	
Rata-rata (%)			100,06		
Standar Deviasi			1,82		
Koefisien Variasi (%)			1,82		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,00820 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.15. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,45280	90,56	100	pengenceran 80 : 100
2	1,0000	0,92228	92,22	100	
3	1,5000	1,36104	90,74	100	
4	2,0000	1,80419	90,21	100	
5	2,5000	2,26070	90,43	100	
Rata-rata (%)			90,83		
Standar Deviasi			0,80		
Koefisien Variasi			0,88		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,03387 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.16. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,12024	0,11914	99,08	250	konsentrasi 0,08-0,4 ppm
2	0,24048	0,24089	100,17	250	
3	0,48096	0,47571	98,91	100	
4	0,60120	0,59971	99,75	100	
5	0,84168	0,85402	101,47	100	
6	1,00200	1,01078	100,88	100	
Rata-Rata (%)			100,04		
Standar Deviasi			1,00		
Koefisien Variasi (%)			1,00		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,05544 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.17. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,58116	0,55687	95,82	100	
2	1,50300	1,44290	96,00	100	
3	2,50500	2,40671	96,08	100	
4	3,50700	3,41049	97,25	100	
5	4,50900	4,27798	94,88	100	
6	5,01000	4,79088	95,63	100	
Rata-Rata (%)			95,94		
Standar Deviasi			0,77		
Koefisien Variasi (%)			0,80		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,12759 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.18. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,52531	105,06	100	
2	1,0000	1,07767	107,77	100	
3	1,5000	1,58807	105,87	100	
4	2,0000	2,08094	104,05	100	
5	2,5000	2,63218	105,29	100	
Rata-Rata (%)			105,61		
Standar Deviasi			1,38		
Koefisien Variasi (%)			1,31		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,02162 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.19. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Rentang Panjang Gelombang 638-646 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,45609	91,22	100	Pengenceran 80 : 100
2	1,0000	0,94984	94,98	100	
3	1,5000	1,39845	93,23	100	
4	2,0000	1,85391	92,70	100	
5	2,5000	2,31175	92,47	100	
Rata-Rata (%)			92,92		
Standar Deviasi			1,37		
Koefisien Variasi (%)			1,47		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,01869 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.20. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Minum PDAM pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,12024	0,12456	103,59	250	konsentrasi 0,08-0,4 ppm konsentrasi 0,08-0,4 ppm
2	0,24048	0,24772	103,01	250	
3	0,48096	0,48966	101,81	100	
4	0,60120	0,60805	101,14	100	
5	0,84168	0,87456	103,91	100	
6	1,00200	1,04528	104,32	100	
Rata-Rata (%)			102,96		
Standar Deviasi			1,25		
Koefisien Variasi (%)			1,21		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,03066 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.21. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air Sungai pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,58116	0,55105	94,82	100	pengenceran 80 : 100 pengenceran 55 : 100 pengenceran 40 : 100 pengenceran 40 : 100
2	1,50300	1,38761	92,32	100	
3	2,50500	2,33622	93,26	100	
4	3,50700	3,36005	95,81	100	
5	4,50900	4,34662	96,40	100	
6	5,01000	4,86858	97,18	100	
Rata-Rata (%)			94,96		
Standar Deviasi			1,87		
Koefisien Variasi (%)			1,97		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,19729 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.22. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion SCN pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,53131	106,26	100	Pengenceran 80 : 100
2	1,0000	1,08967	108,97	100	
3	1,5000	1,59791	106,53	100	
4	2,0000	2,08896	104,45	100	
5	2,5000	2,61912	104,76	100	
Rata-Rata (%)			106,19		
Standar Deviasi			1,80		
Koefisien Variasi (%)			1,70		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,00898 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

Tabel 5.23. Hasil Penentuan Konsentrasi LAS pada Contoh Air dengan Interferensi Anion NO_3^- pada Pengukuran dengan Tiga Panjang Gelombang 642-652-662 nm

No	Konsentrasi		Recovery (%)	Volume contoh (ml)	Keterangan
	Yang Dibuat (ppm)	Hasil Perhitungan (ppm)*			
1	0,5000	0,48381	96.76	100	Pengenceran 80 : 100
2	1,0000	0,97420	97.42	100	
3	1,5000	1,43633	95.76	100	
4	2,0000	1,88262	94.13	100	
5	2,5000	2,34475	93.79	100	
Rata-Rata (%)			95,57		
Standar Deviasi			1,59		
Koefisien Variasi (%)			1,66		

Keterangan :

*) Telah terkoreksi blanko

Konsentrasi MBAS blanko = 0,08182 ppm

KV < 10 % : presisi dianggap baik

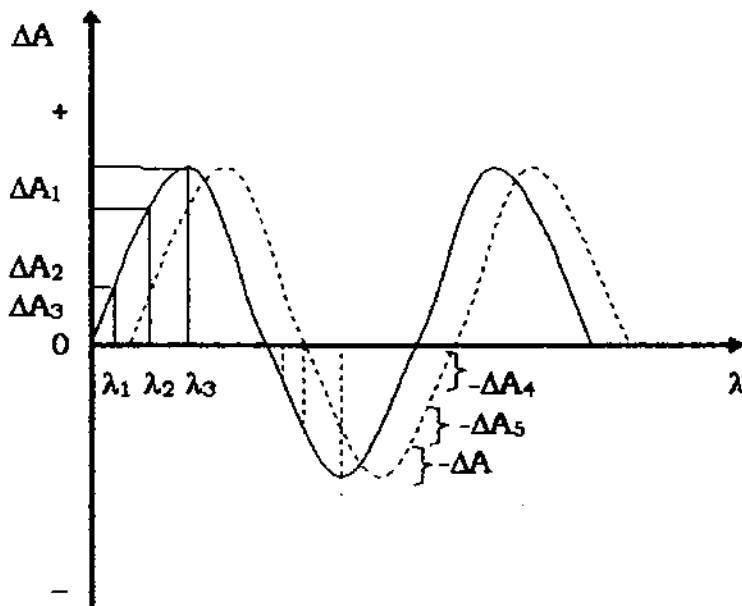
BAB 6

PEMBAHASAN

6.1 Prinsip ΔA Average Measurement

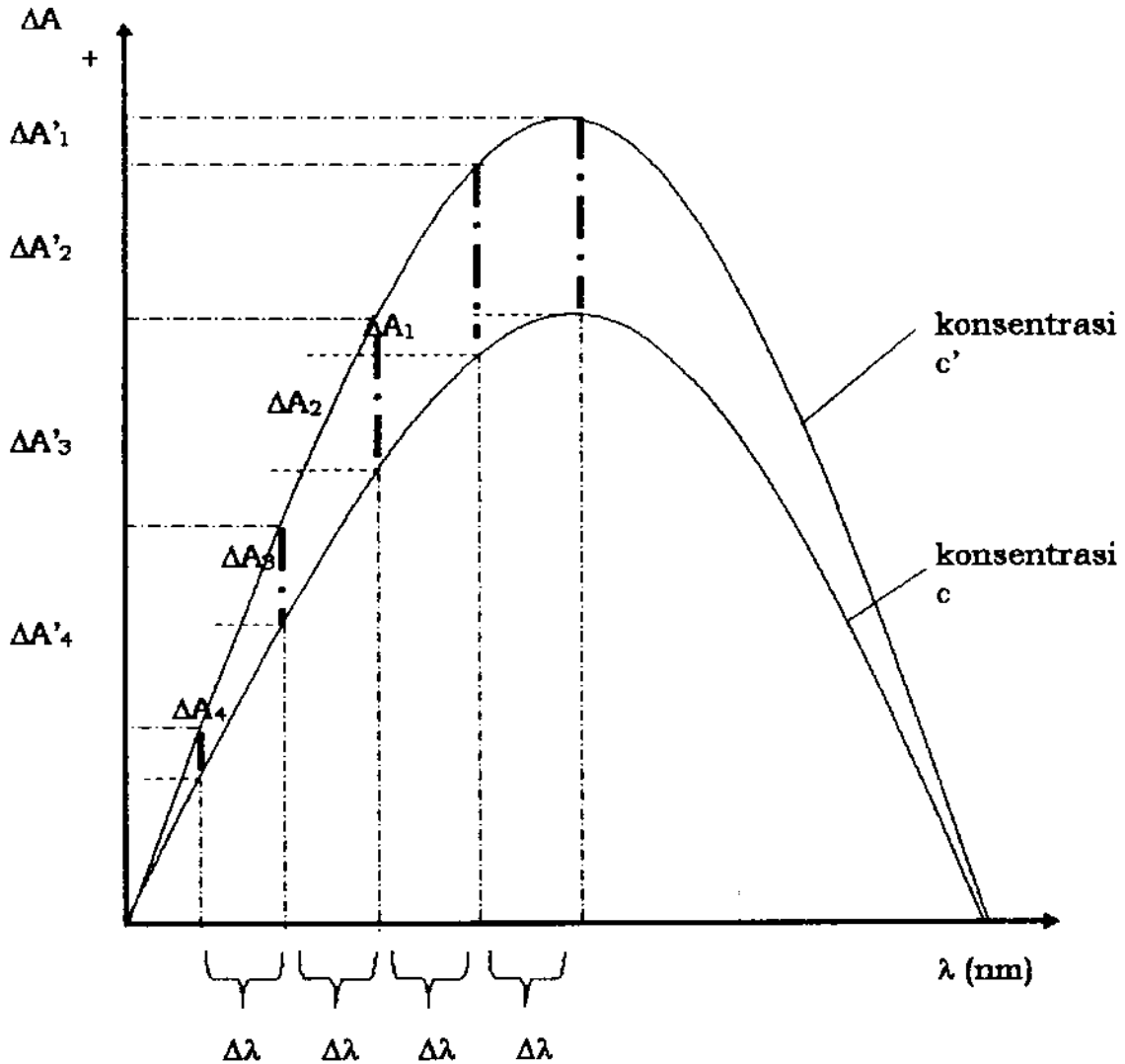
Di antara pengukuran derivatif yang tersedia pada menu Spectrophotometer UV-Vis HP-8452 A, terdapat pengukuran beda absorban rata-rata (ΔA Average Measurement) yang dinotasikan sebagai $Avg: L_1 \rightarrow L_2$, di mana L adalah panjang gelombang. Cara ini dilengkapi dengan pilihan orde spektrum derivatif (1 sampai 9) dan *smoothing factor* (bilangan ganjil dari 3 sampai 21).

Secara teoritis tidak mudah menjelaskan aplikasi cara pengukuran ini, tetapi dengan sederhana dapat dijelaskan. Misalkan terdapat spektrum derivatif sebagai berikut :



Gambar 6.1. Contoh Kurva Hipotetik dari Suatu Spektrum Derivatif

Jika diambil setengah gelombang dari spektrum derivatif di atas maka akan diperoleh spektrum di bawah ini :



Gambar 6.2. Gambaran Sederhana Tentang Beda Absorban Rata-Rata

Dari Gambar terdapat kondisi di mana konsentrasi $c' > c$. Pada rentang panjang gelombang yang sama, larutan c' memberikan beda absorban yang lebih besar daripada larutan dengan konsentrasi c , sesuai dengan hukum Lambert-Beer.

Apabila diperluas maka terdapat rumusan sebagai berikut :

$$\Delta A_1' > \Delta A_1$$

$$\Delta A_2' > \Delta A_2$$

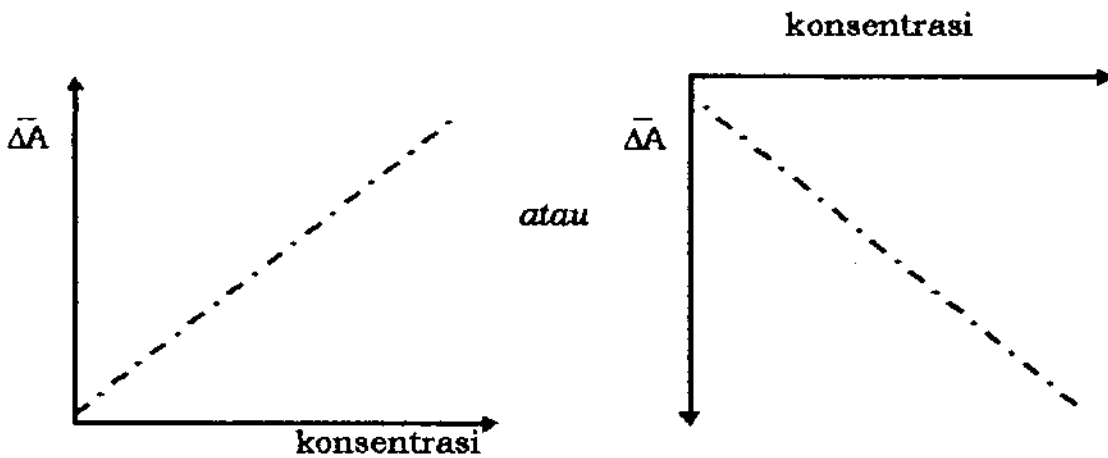
$$\Delta A_3' > \Delta A_3$$

$$\Delta A_4' > \Delta A_4$$

Atau :

$$\overline{\Delta A'} > \overline{\Delta A}$$

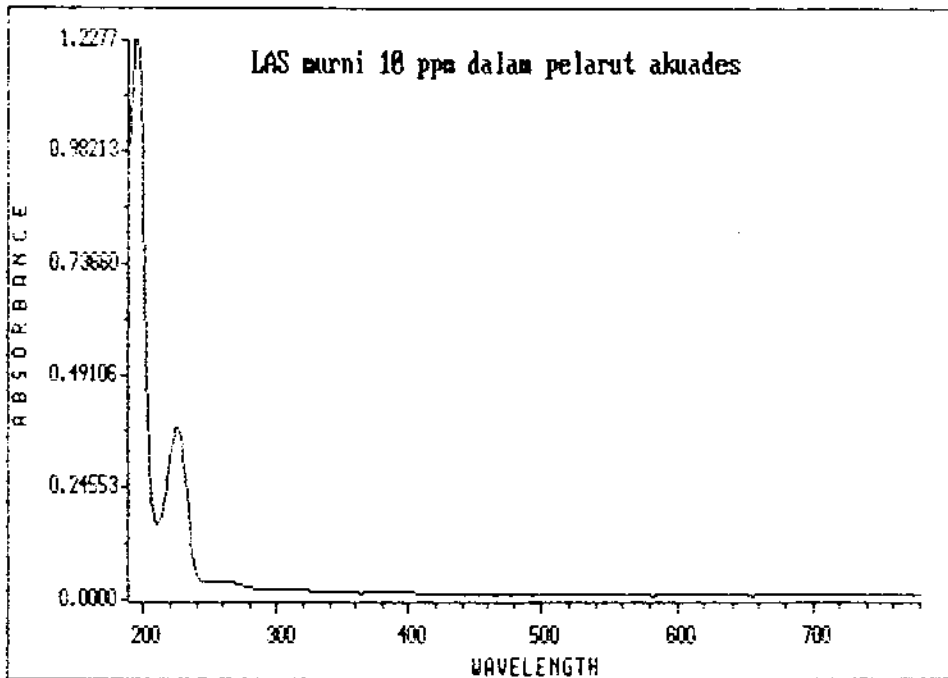
Dengan demikian ΔA berbanding lurus dengan konsentrasi larutan yang diukur.



Pada penentuan dengan ΔA *Average Measurement* kurva standar juga dapat dijumpai kurva dengan slope negatif, yaitu untuk beda absorban rata-rata yang melibatkan nilai di bawah garis nol. Pada prinsipnya sama saja dengan kurva dengan slope positif karena beda absorban rata-rata dari analit juga bernilai negatif. Sehingga pada penelitian ini pada jarak rentang panjang gelombang 652-656 nm sampai 682-688 nm slope kurva yang dihasilkan negatif.

6.2 Serapan LAS

Sebelum dilakukan perlakuan terhadap LAS dengan reagen methylene blue pada penentuan zat aktif methylene blue, dilakukan pengamatan terhadap spektrum standar LAS murni. Pengamatan pada larutan standar LAS dengan konsentrasi 10 ppm dalam akuades ditunjukkan pada Gambar 6.3 di bawah ini. Dari spektrum yang terjadi terlihat bahwa LAS menunjukkan serapan maksimum pada daerah UV (190-380 nm), yaitu pada panjang gelombang 224 nm. Tidak nampak adanya serapan di daerah *Visible* (380-780 nm).



Gambar 6.3. Spektrum Basal Standar LAS 10 ppm dalam Akuades

Hasil yang hampir sama telah diperoleh oleh Weber (1962) terhadap *alkylbenzenesulfonate* dan menunjukkan serapan maksimum

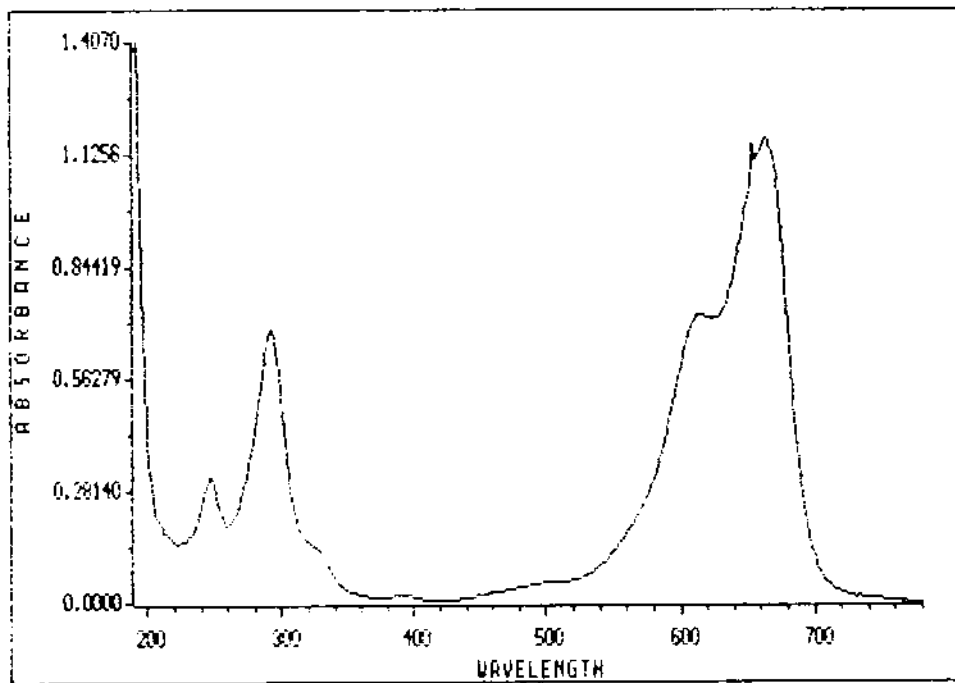
pada daerah UV, yaitu pada panjang gelombang 225 nm. Dari penelitiannya disimpulkan bahwa golongan *alkylbenzenesulfonate* dapat dianalisis secara kuantitatif dengan cepat dan presisi yang baik pada panjang gelombang 225 nm terhadap contoh sintetik dengan pelarut air. Tetapi metode ini tidak bisa diaplikasikan pada air limbah dikarenakan banyaknya interferensi.

Analisis deterjen dengan metode spektrofotometri pada daerah UV sebenarnya lebih baru dibandingkan dengan metode-metode lain seperti metode Methylene blue, Methyl green, Meldola blue, Capri blue, Alizarin green, Alizarin blue, patent blue, crystal violet, Victoria blue, dan Azo carmin G. Hanya metode methylene blue dan methyl green yang memberikan hasil memuaskan karena pada metode-metode lain tidak terbentuk kompleks. Bahkan sekarang mulai dikembangkan analisis berdasarkan pola pelangi gelembung deterjen dengan menggunakan sakarida untuk stabilitas gelembung (Syah, 1999).

Seperti telah disebutkan bahwa metode methylene blue adalah metode yang paling populer. Sampai saat ini *Standard Method* dan seluruh prosedur analisis di laboratorium pemerintah di Indonesia masih menggunakan metode methylene blue. Tetapi sesungguhnya metode ini hanya baik diterapkan untuk analisis air minum (Franson, 1985), artinya zat interferensi yang ada kecil. Untuk contoh yang lebih kompleks dilakukan perlakuan pendahuluan untuk mengurangi gangguan.

6.3 Serapan Methylene Blue

Methylene blue menunjukkan serapan seperti nampak pada Gambar 6.4 berikut :



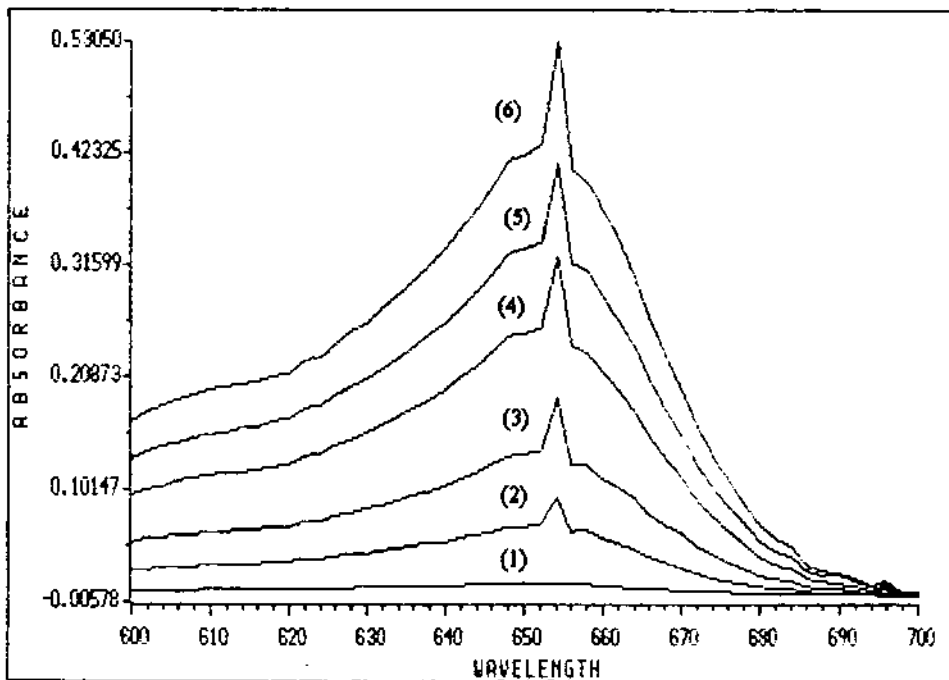
Gambar 6.4. Spektrum Basal Reagen Methylene Blue yang Mengandung 30 ppm Methylene Blue

Dari Gambar ditunjukkan puncak-puncak spektrum pada panjang gelombang 224 nm, 292 nm, 614 nm, 654 nm, dan 664 nm. Panjang gelombang 224 nm menunjukkan persamaan dengan spektrum standar LAS, akan tetapi pada daerah *visible* perbedaan sangat nyata terlihat. Yang menjadi perhatian dalam penelitian ini adalah adanya puncak 654 nm yang juga akan muncul pada spektrum kompleks MBAS pada

analisis LAS, sementara metode standar mensyaratkan pengukuran deterjen pada panjang gelombang 652 nm.

6.4 Serapan Kompleks MBAS

Setelah memperhatikan spektrum basal individu yang berbeda antara spektrum LAS dan spektrum reagen methylene blue, maka dilakukan pengamatan pada kompleks kedua substansi melalui prosedur penyiapan contoh metode standar. Spektrum basal kompleks MBAS dapat dilihat pada Gambar 6.5 di bawah ini.



Gambar 6.5. Spektrum Basal Kompleks MBAS, dengan Konsentrasi: (1) 0,0996; (2) 0,4980; (3) 0,8964; (4) 1,2948; (5) 1,6932; dan (6) 1,9920 ppm

Dari Gambar nampak puncak tertinggi terjadi pada panjang gelombang 654 nm, sedangkan panjang gelombang 652 nm berada pada bahu dari kurva. Pembuatan spektrum dilakukan berulang-ulang, tetapi diperoleh hasil yang sama seperti tampak pada Gambar 6.5 tersebut. Berdasarkan hal ini maka dalam pengukuran LAS selanjutnya pada penelitian ini dilakukan pengujian validitas pada kedua panjang gelombang tersebut, yaitu 652 nm dan 654 nm. Selanjutnya juga dilakukan pengukuran tiga panjang gelombang dengan pusat masing-masing pada kedua panjang gelombang tersebut.

6.5 Penetapan Rentang Panjang Gelombang Pengukuran Pada Spektrum Derivatif Pertama

Pelaksanaan metode spektrofotometer dengan cara derivatif modern dengan Spectrophotometer UV-Vis HP-8452 A, dilakukan dengan menetapkan dua rentang panjang gelombang pengukuran (dinotasikan sebagai L_1 dan L_2) untuk mendapatkan beda absorban rata-rata dari contoh. Dalam hal ini menggunakan panjang gelombang maksimum dari spektrum basal (L_1) dan panjang gelombang maksimum dari spektrum derivatifnya (L_2). Pada penelitian ini langkah serupa telah ditempuh di mana $L_1 = 654$ nm (λ maksimum spektrum basal) dan $L_2 = 652$ nm (λ maksimum spektrum derivatif), namun diperoleh hasil yang kurang memuaskan, $V_{x0} = 7,34$ % dan $X_p = 0,4075$. Demikian juga di daerah sekitar kedua panjang gelombang ini. Misalnya rentang 654-656 nm, 654-658 nm, dan 656-658 nm, berturut-turut V_{x0} dan X_p -nya

(7,44%; 0,4197), (5,63%; 0,3162) dan (6,09%; 0,3408). Satu perkecualian terjadi pada rentang 620-638 nm di mana diperoleh nilai $V_{x0} = 11,71\%$ dan $X_p = 0,6320$. Lebih jelas dapat dilihat pada Gambar 5.1 dan Tabel 5.4.

Dari hasil percobaan di atas kemudian dilakukan pilihan lain, yaitu dengan mencari rentang panjang gelombang lain berdasarkan spektrum derivatif yang dihasilkan. Dari pencarian itu ditemukan 26 rentang panjang gelombang pengukuran. Penetapan ke 26 rentang ini didasarkan pada puncak dan titik belok yang jelas menyolok yang dapat diamati pada kurva yang dihasilkan. Didasarkan pada puncak karena tumpang tindih spektrum minimum dan relatif bebas dari gangguan spektral. Sedangkan titik belok didasarkan pada perubahan serapan yang dihasilkan oleh contoh. Perubahan serapan dapat disebabkan oleh konstituen lain dalam contoh, sehingga dengan bertolak dari titik belok, perbedaan antara analit dengan pengganggu diharapkan nampak.

Berdasarkan pencarian di atas maka jarak rentang diperoleh tidak seragam dari satu ke lain rentang pengukuran. Tetapi lingkup pengukuran akan mencakup semua rentang yang menjadi perhatian. Sebagai contoh berdasarkan spektrum dari Gambar 5.1 pada Bab 5 jika diambil jarak rentang panjang gelombang 620 nm sampai 650 nm, terdapat titik belok yang jelas pada panjang gelombang 626 nm, 638 nm, dan 646 nm. Berdasarkan ini maka dibuat sepuluh rentang pengukuran, yaitu :

- | | |
|-----------------|------------------|
| 1. 620 - 626 nm | 6. 626 - 646 nm |
| 2. 620 - 638 nm | 7. 626 - 650 nm |
| 3. 620 - 646 nm | 8. 638 - 646 nm |
| 4. 620 - 650 nm | 9. 638 - 650 nm |
| 5. 626 - 638 nm | 10. 646 - 650 nm |



Demikian juga untuk jarak rentang panjang gelombang yang lain ditentukan serupa berdasarkan pola spektrum derivatifnya. Setelah itu dilakukan validasi terhadap semua rentang yang ada. Rangkuman hasil validasi untuk semua rentang pengukuran disajikan pada Tabel 5.4.

Dari hasil validasi metode dengan parameter linearitas dalam hal ini ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (r), koefisien variasi fungsi (V_{x0}), dan beda signifikansi antara konsentrasi analit terkecil dan harga nol (X_p) umumnya diperoleh validitas yang baik. Nilai V_{x0} dari ke 26 rentang menghasilkan distribusi sebagai berikut, $V_{x0} \leq 2\%$ sebanyak 9 rentang pengukuran, $2\% < V_{x0} \leq 5\%$ sebanyak 12 rentang pengukuran, $5\% < V_{x0} \leq 10\%$ sebanyak 4 rentang, dan $V_{x0} > 10\%$ sebanyak satu rentang pengukuran. Dari semua rentang yang memenuhi syarat V_{x0} yang paling baik untuk analisis kuantitatif pada penelitian ini hanya ada dua daerah, yaitu rentang 620-626 nm dan rentang 638-646 nm karena X_p -nya $< 0,0996$.

Untuk koefisien korelasi (r) nilai yang diperoleh juga bervariasi. Dari Tabel 5.4 dapat dilihat untuk 26 rentang pengukuran nilai r terkecil adalah 0,98788 pada rentang 620-638 nm sedangkan yang terbesar

adalah 0,99981 pada rentang 620-626 nm. Meskipun berdasarkan AOAC (1995) sekarang menyarankan untuk tidak memakai parameter r lagi sebagai kriteria untuk linearitas suatu kurva standar. Nilai r masih bisa dipakai sebagai pertimbangan korelasi pada analisis regresi.

Hubungan antara nilai r dan V_{x0} dari hasil penelitian ini menunjukkan bahwa semakin besar nilai r semakin kecil nilai V_{x0} . Sehingga dengan memperhatikan besarnya nilai r dari seri pengamatan akan dapat diperbandingkan nilai V_{x0} -nya. Melihat hasil yang diperoleh terhadap nilai r , berdasarkan bahasan di atas tanpa menimbang nilai V_{x0} dan X_p masing-masing, dari 26 rentang pengukuran hanya satu rentang yang tidak memenuhi persyaratan, yaitu rentang 620-638 nm. Akan tetapi validitas yang terbaik adalah jika nilai V_{x0} dan X_p -nya juga memenuhi persyaratan untuk analisis kuantitatif. Pada penelitian ini perhitungan konsentrasi analit hanya dilakukan pada rentang panjang gelombang pengukuran yang memenuhi syarat V_{x0} dan X_p .

6.6 Lineritas pada Satu Panjang Gelombang

Pengukuran dengan satu panjang gelombang dilakukan pada spektrum basal. Yang diamati adalah hubungan antara absorban sebagai fungsi dari konsentrasi standar. Panjang gelombang yang dipersyaratkan oleh metode standar adalah 652 nm. Sehingga setiap analisis rutin panjang gelombang yang digunakan selalu tetap. Pada penelitian ini serapan pada panjang gelombang 654 nm selalu lebih besar dan merupakan serapan maksimum, akan tetapi bentuk

puncaknya runcing. Secara teoritis puncak yang runcing dihindari untuk analisis. Bentuk puncak yang baik untuk analisis adalah mendatar, dengan keuntungan jika terjadi pergeseran panjang gelombang pengukuran, perubahan serapan yang terjadi tidak bermakna dan penentuan harga serapan memberikan angka kecermatan dan ketelitian sampai 99,5% atau lebih (Mulja, 1995).

Pengulangan dalam pembuatan spektra selalu diperoleh hasil yang sama. Sehingga dilakukan perbandingan antara spektrum tunggal dari LAS murni, reagen methylene blue, dan kompleks MBAS. Terdapat persamaan bentuk antara spektrum methylene blue dan kompleks MBAS, yaitu bentuk runcing pada panjang gelombang 654 nm. Hal ini tidak terjadi pada spektrum serapan LAS murni. Diduga serapan pada panjang gelombang ini sebagian adalah serapan reagen methylene blue yang ikut terbawa pada larutan analit.

Dari uji validitas linearitas kedua panjang gelombang seperti tersaji pada Tabel 5.5 dalam Bab 5 terbukti bahwa nilai r , V_{x0} dan X_p pada 652 nm lebih baik daripada 654 nm. Artinya pengukuran pada 652 nm lebih valid. Tetapi nilai X_p dari keduanya, pada kondisi yang sama dengan pengukuran secara derivatif modern pada spektrum derivatif pertama, tidak memenuhi syarat analisis kuantitatif. Dengan demikian nampak bahwa pengukuran dengan derivatif modern pada kondisi penelitian ini dapat memenuhi syarat pada saat pengukuran dengan satu panjang gelombang pada spektrum basal tidak memenuhi syarat.

Perbedaan validitas linearitas antara pengukuran pada 652 nm dan 654 nm tentunya akan menjadi perhatian. Beda panjang gelombang hanya 2 nm. Jika perubahan absorban sebanding dengan perubahan konsentrasi di kedua titik pada kurva spektrum, maka diharapkan pengukuran pada 654 nm menghasilkan validitas yang sama. Dan jika serapan pada 654 nm dianggap suatu komponen yang lain, maka hasil validitas keduanya tidak akan memuaskan. Berdasarkan penelitian Zainuddin (1999), perbedaan panjang gelombang ± 15 nm tidak memberikan hasil yang memuaskan terhadap dua komponen.

6.7 Linearitas dengan Pengukuran pada Tiga Panjang Gelombang

Pengukuran dengan tiga panjang gelombang tetap mempergunakan spektrum basal yang sama dengan pengukuran pada satu panjang gelombang. Bedanya adalah yang menjadi respon detektor atau sumbu y pada sistem koordinat Cartesian adalah beda absorban (ΔA). Pada Gambar 2.2 dalam Bab 2 dapat dilihat susunan dari tiga panjang gelombang yang digunakan, yaitu $\lambda_3 - \lambda_2 - \lambda_1$. Terdapat dua pengamatan yang dilakukan pada penelitian ini. Dengan menggunakan susunan yang sama panjang gelombang tersebut adalah: pertama, 642 - 652 - 662 nm; dan kedua, 644 - 654 - 664 nm.

Hasil validasi linearitas pekerjaan ini disajikan pada Tabel 5.5. Nampak bahwa nilai r , V_{x0} , dan X_p panjang gelombang 642 - 652 - 662 nm berturut-turut 0,99978, 1,56 %, dan 0,0904 lebih baik daripada

panjang gelombang 644 – 654 – 664 nm yang berturut-turut 0,99872, 3,77 %, dan 0,2143. Bahkan nilai X_p pada pengukuran pertama memenuhi syarat untuk analisis kuantitatif.

6.8 Validasi dengan Parameter IDR

Dari uji linearitas pada standar LAS (Tabel 5.6), diketahui untuk derivatif modern ada 2 rentang panjang gelombang yang X_p -nya memenuhi syarat, 620-626 nm dan 638-646 nm dan 1 rentang panjang gelombang yang X_p -nya sedikit lebih besar daripada konsentrasi minimum (0,09982 berbanding dengan 0,09960). Sebagai pembandingan uji linearitas dilakukan pada semua pengukuran dengan satu panjang gelombang dan tiga panjang gelombang. Sehingga semua ada tujuh pekerjaan validasi dengan parameter IDR.

Hasilnya hanya rentang 620-626 nm dan 638-646 nm serta pengukuran tiga panjang gelombang 642-652-662 nm yang X_p -nya tetap memenuhi syarat untuk analisis kuantitatif. Sehingga uji validasi dengan parameter akurasi dan presisi hanya dilakukan untuk ketiga cara pengukuran ini. Dari hasil uji IDR ini dapat dinyatakan bahwa cara derivatif modern dan tiga panjang gelombang telah menunjukkan linearitas yang lebih baik daripada pengukuran dengan satu panjang gelombang dengan spektrum basal asal yang sama.

6.9 Hasil Penentuan Presisi dan Akurasi

Kriteria uji presisi ditunjukkan dengan harga KV, di mana umumnya presisi yang baik jika $KV < 2\%$. Untuk analisis bahan alam dan bioanalit harga KV di bawah $\pm 10\%$ sudah memadai (Buicks, 1990). Hasil uji validasi dengan parameter presisi dan akurasi dapat dilihat pada Tabel 5.9, 5.10, dan 5.11 pada Bab 5. Terlihat bahwa semua metode yang diterapkan memiliki presisi yang baik ($KV < 10\%$) bahkan di bawah 2%. Artinya konsentrasi hasil perhitungan mengumpul pada daerah nilai yang sempit.

Sedangkan untuk akurasi kriteria uji dicerminkan oleh % recovery yang dihasilkan. Akurasi yang baik artinya konsentrasi hasil perhitungan dekat dengan konsentrasi LAS sebenarnya pada analit. Hasil menunjukkan recovery pada rentang 620-626 nm sebesar 100,99%, pada rentang 638-646 nm 99,60% dan dengan pengukuran pada tiga panjang gelombang 642-652-662 nm sebesar 90,87%.

6.10 Hasil Penentuan Konsentrasi LAS dalam Contoh

Hasil penentuan konsentrasi LAS pada contoh air minum PDAM dan air sungai disajikan pada Tabel 5.12 berturut-turut sampai Tabel 5.23. Dari hasil-hasil yang diperoleh dapat dilihat harga % recovery, SD, KV yang menyertai setiap pengukuran, yang dapat menggambarkan keadaan setiap contoh yang diukur.

Secara fisika dan kimia air PDAM dan air sungai menunjukkan perbedaan. Air PDAM telah mengalami perlakuan dan telah memenuhi persyaratan Depkes sehingga siap dijadikan sumber air minum. Sementara air sungai kondisinya sangat tergantung dari kondisi lingkungan air sungai yang bersangkutan. Penentuan konsentrasi LAS pada air minum PDAM pada rentang 620-626 nm dan 638-646 nm memberikan recovery masing-masing 98,83% dan 100,04%. Sementara pengukuran pada tiga panjang gelombang sebesar 102,96%. Penentuan konsentrasi LAS pada contoh air sungai menghasilkan *recovery* yang kurang baik, berturut-turut 91,97%, 95,94% dan 94,96%. Sedangkan presisi tetap baik, yang menunjukkan bahwa prosedur yang dipakai sudah baik. Recovery berkaitan dengan berapa besar LAS dalam bentuk MBAS yang dapat terukur oleh suatu metode pengukuran. Dalam hal ini berbagai pengaruh dapat terjadi dalam suatu contoh, salah satunya interaksi kimia antara analit dengan zat-zat pengganggu yang mana pada air sungai relatif lebih banyak dan rumit. Sedangkan pada air PDAM terbatas jumlahnya, sehingga efek interferensi relatif kecil.

6.11 Selektifitas dengan Adanya Interferensi Anion SCN^- dan NO_3^-

Penelitian interferensi anion-anion ini telah lama dilakukan terhadap metode methylene blue (Moore, 1956) namun belum dapat teratasi dengan metode methylene blue dalam metode standar yang digunakan sekarang (Franson, 1985). Hasil penelitian terdahulu menunjukkan bahwa anion SCN^- dengan konsentrasi 40 ppm dalam

larutan analit menghasilkan recovery penentuan konsentrasi LAS sebesar 155 %. Sementara anion NO_3^- dengan konsentrasi 10 ppm menghasilkan recovery 111 %.

Dengan penerapan konsentrasi pengganggu yang sama terhadap contoh deterjen ditunjukkan pengaruh interferensi latar belakang dapat dikurangi. Secara lengkap disajikan dalam Tabel 5.12 sampai 5.23 pada Bab 5. Dapat dilihat recovery penentuan konsentrasi LAS dengan interferensi anion SCN^- , dengan cara derivatif modern, berkurang menjadi 100,06%-105,06%. Artinya kesalahan positif dapat dikurangi pada interferensi anion SCN^- . Sementara dengan interferensi anion NO_3^- berkurang menjadi 90,83% - 92,92%, hasilnya kurang memuaskan karena hasilnya negatif (-9,17% sampai -7,08% dari angka 100%) yang sebelumnya (+11% dari angka 100%). Hasil ini menunjukkan bahwa kompleks MBAS terukur yang berasal dari LAS menurun dengan adanya interferensi anion NO_3^- . Ini berarti interferensi anion NO_3^- besar dalam hal pembentukan kompleks MBAS non-LAS, tetapi spektralnya terpisah tegas sehingga recovery kompleks MBAS dari LAS relatif kecil.

Recovery LAS pada pengukuran dengan tiga panjang gelombang 642-652-662 nm, dengan interferensi anion SCN^- turun menjadi 106,19%, dan dengan interferensi NO_3^- menjadi 95,57%. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa metode ΔA *Average measurement* memberikan recovery yang baik dalam pengatasan anion SCN^- tetapi masih belum memuaskan dengan interferensi anion NO_3^- .

BAB 7

KESIMPULAN DAN SARAN

7.1 Kesimpulan

Dari penelitian ini diperoleh kesimpulan sebagai berikut :

- Dengan cara derivatif modern (*ΔA Average Measurement*) pada spektrofotometri UV-Vis, validitas terbaik dihasilkan pada rentang panjang gelombang 620-626 nm dan 638-646 nm serta pengukuran dengan tiga panjang gelombang 642-652-662 nm. Recovery yang dihasilkan berturut-turut 100,99%, 99,60% dan 90,87%. Sedangkan koefisien variasinya berturut-turut 1,73%, 1,02% dan 0,64%. Hasil ini lebih baik daripada pengukuran pada satu panjang gelombang 652 nm.
- Cara derivatif modern dapat menurunkan gangguan latar belakang pada pengukuran LAS dalam contoh. Dengan interferensi anion SCN⁻ recovery turun dari 155% menjadi 100,06%-105,06%, dan dengan interferensi anion NO₃⁻ turun dari 111% menjadi 90,83%-92,92%.

7.2 Saran

Disarankan untuk menerapkan cara pengukuran ini pada contoh dengan jenis interferensi yang lebih banyak.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous, 1990. Baku Cara Uji Air Limbah Di Jawa Timur. Surabaya: Biro Bina Kependudukan dan Lingkungan Hidup, Sekretariat Wilayah/Daerah Tingkat I Jawa Timur. Hal. 188-190.
- _____, 1993. Petunjuk Pemeriksaan Deterjen, edisi ke-2. Jakarta: Pusat Laboratorium Kesehatan, Departemen Kesehatan Republik Indonesia. Hal. 157-161.
- _____, 1994. Baku Mutu Limbah Cair. Dalam Keputusan Gubernur Kepala Daerah Tingkat I Jawa Timur No. 136 Tahun 1994 Tentang Baku Mutu Limbah Cair Bagi Industri atau Kegiatan Usaha Lainnya di Jawa Timur. Hal. 43.
- _____, 1996. Keputusan Gubernur Kepala Daerah Tingkat I Jawa Timur Nomor 40 dan 41 Tahun 1996 Tentang Baku Cara Pengambilan Contoh Air dan Limbah Cair Di Propinsi Daerah Tingkat I Jawa Timur dan Baku Cara Uji Air Limbah dan Limbah Cair Di Propinsi Daerah Tingkat I Jawa Timur. Surabaya: Sekretariat Wilayah Daerah Tingkat I. Hal. 51-52.
- Beyer H, Walter W, 1996. Soaps and Syntetic Detergents. In Handbook of Organic Chemistry. Great Britain: Prentince Hall Europe. p 246-250.
- Budavari S, O'Neil MJ, Smith A, Heckelman PE, 1989. The Merck Index: An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals, 11th edition. Rahway, N.J.: Merck & Co., Inc. p 954.
- Buicks AR, Doig MV, Jeal SC, Land GS, McDowall RD, 1990. *Journal of Pharmaceutical Biomedical Analysis*: 8:629-637.
- Connel DW, Miller GJ, 1995. Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran, Koestoer (penerjemah). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press). Hal. 330-336.
- Cunniff P (editor), 1995. Official Methods of Analysis of AOAC International, 16th edition. Virginia: AOAC International. pp. xvii-xviii.
- Dean JA, 1987. Handbook of Organic Chemistry. Singapore: McGraw-Hill Book Co. p. 1-291.

- Franson MAH, 1985. **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**, 16th edition. Washington: American Public Health Association. p 577-589.
- Harris LG, Howell JA, Sutton RE, 1996. Ultraviolet and Light Absorption Spectrophotometry. *Anal. Chem.*:68(12):172R-175R.
- Hartmann C, Massart DL, McDowall RD, 1994. An analysis of the Washington Conference Report on bioanalytical method validation. *J. of Pharm. & Biomed. Analysis.*:12(11):1337-1343.
- Indrayanto G, 1999. Validasi Metode pada Analisis dengan Kromatografi. Dalam Materi Kursus GC (Tim Penyusun : Yuwono M, Mulja M, dan Indrayanto G). Surabaya: Unit Layanan Konsultasi, Pengujian dan Kerjasama Penelitian Fakultas Farmasi Universitas Airlangga. Hal. 55-63.
- Kirk-Othmer, 1983. Surfactants and Detergent Systems. In *Encyclopedia of Chemical Technology*, 3rd edition, Volume 22. New York: John Wiley & Sons, Inc. pp 332-432.
- Manahan SE, 1994. *Environmental Chemistry*, 6th edition. Boca Raton: Lewis Publishers. pp 179-200.
- Moore WA, Kolbeson RA, 1956. Determination of anionic detergents in surface waters and sewage with Methyl Green. *Anal. Chem.* 28:161.
- Morrison RT, Boyd RN, 1987. *Organic Chemistry*, 5th edition. Boston: Allyn and Bacon. pp 1270-1271.
- Mulja M, 1998. Persyaratan Umum Laboratorium Kimia Analisis Sesuai dengan US-GLP, UK-Namas dan ISO-Guide 25 dalam makalah pada acara saresehan dalam rangka memperingati HUT Labor Polri Cabang Surabaya yang ke-41. Surabaya.
- Mulja M, Suharman, 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya: Airlangga University Press. Hal. 6-60.
- Reynolds JFE, (ed), 1996. Soaps and Other Anionic Surfactants. In *Martindale: The Extra Pharmacopoeia*, 31st edition. London: Royal Pharmaceutical Society. pp 1533-1534.
- Schwarzenbach RP, Gschwend PM, Imboden DM, 1993. *Environmental Organic Chemistry*. New York: John Wiley & Sons, Inc. pp 37-40.

- Syah Y, 1999. Pengaruh Sakarida Pada Analisis Deterjen Berdasarkan Pola Pelanginya. *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Airlangga*, 4:57-60.
- Tolgyessy J, Pitter P, Piatrik M, and Prousek J, 1993. The Chemistry of Water. In *Chemistry and Biology of Water, Air and Soil: Environmental Aspects* (Tolgyessy J, (ed)). Amsterdam: Elsevier. pp 14-325.
- USP-XXIII, 1995. United States Pharmacopial Convention Inc. pp 1982-1984.
- Weber WJ, JC Morris, W. Stumm, 1962. Determination of alkylbenzenesulfonate by ultraviolet spectrophotometry. *Anal. Chem.* 34:1844-1845.
- Zainuddin M, 1999. Pengaruh selisih panjang gelombang maksimal antar komponen terhadap ketepatan analisis kuantitatif campuran bikomponen secara spektrofotometris dengan teknik persamaan simultan. *Jurnal Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Airlangga*, 4:67-71.

Lampiran 1. Contoh Perhitungan Konsentrasi LAS dalam Contoh

Konsentrasi LAS dalam Akuades pada Penentuan Akurasi dan Presisi pada rentang Panjang Gelombang 620-626 nm.

1. Blanko

$$\overline{\Delta A} = 3,956E-04$$

Persamaan, $y = -9,201E-06 + 2,279E-03x$

Diperoleh, $x = 0,1776$ mg/liter, artinya dalam 100 ml contoh terdapat :
 $100/1000 \times 0,1776$ mg = 0,01776 mg LAS (berasal dari volume contoh 400 ml)

Sehingga konsentrasi sebenarnya adalah = $0,01776$ mg/0,4 liter = 0,0444 ppm.

Atau lebih sederhana diperoleh dari $0,1776$ ppm/4 = 0,0444 ppm.

2. Larutan Pertama dengan Konsentrasi yang Dibuat 0,06012 ppm

$$\overline{\Delta A} = 0,00095$$

Diperoleh, $x = 0,42086$ mg/liter, artinya dalam 100 ml contoh terdapat :
 $100/1000 \times 0,42086$ mg = 0,042086 mg LAS (berasal dari volume contoh 400 ml)

Dikoreksi dengan blanko = $(0,042086 - 0,01776)$ mg = 0,024326 mg

Sehingga konsentrasi sebenarnya adalah = $0,024326$ mg/0,4 liter = 0,06081 ppm.

Atau : $\frac{0,42086 \text{ ppm} - 0,04440 \text{ ppm}}{4} = \underline{0,06081 \text{ ppm}}$

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{0,06081 \text{ ppm}}{0,06012 \text{ ppm}} \times 100\% = \underline{101,15 \%}$$

3. Larutan Kedua dengan Konsentrasi yang Dibuat 0,12024 ppm

$$\overline{\Delta A} = 0,00094$$

Diperoleh, $x = 0,41647$ mg/liter, artinya dalam 100 ml contoh terdapat :
 $100/1000 \times 0,41647$ mg = 0,041647 mg LAS (berasal dari volume contoh 250 ml)

Konsentrasi LAS sebenarnya = $\frac{0,41647 \text{ ppm} - 0,04440 \text{ ppm}}{2,5} = 0,12219 \text{ ppm}$

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{0,12219 \text{ ppm}}{0,12024 \text{ ppm}} \times 100\% = \underline{101,62 \%}$$

Dan seterusnya...

Konsentrasi LAS dalam Contoh Air Sungai Rentang Panjang Gelombang 620-626 nm.

1. Blanko

$$\bar{\Delta A} = 9,388E-04$$

Persamaan, $y = -9,201E-06 + 2,279E-03x$

Diperoleh, $x = 0,41594$ mg/liter, artinya dalam 100 ml contoh terdapat :

$$100/1000 \times 0,1776 \text{ mg} = 0,041594 \text{ mg LAS (berasal dari volume contoh 250 ml)}$$

Sehingga konsentrasi sebenarnya adalah $= 0,041594 \text{ mg}/0,25 \text{ liter} = \underline{0,16638 \text{ ppm}}$.

Atau lebih sederhana diperoleh dari $0,41594 \text{ ppm}/2,5 = \underline{0,16638 \text{ ppm}}$.

2. Larutan ketiga dengan Konsentrasi yang dibuat 2,50500 ppm (dengan pengenceran 80 : 100)

$$\bar{\Delta A} = 0,00459$$

Diperoleh $x = 2,01795 \text{ ppm}$

Dikurangi blanko $x = 2,01795 - 0,16638 = 1,85157 \text{ ppm}$.

Digandakan dengan faktor pengenceran $x = 100/80 \times 1,85157 = \underline{2,31446 \text{ ppm}}$

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{2,31446 \text{ ppm}}{2,50500 \text{ ppm}} \times 100\% = \underline{92,39 \%}$$

Lampiran 2: Uji Validasi Linearitas Menggunakan Program Validasi (PV)

1. Rentang panjang gelombang 620-626 nm

x	y
0.0996	0.00032
0.4980	0.00178
0.8964	0.00304
1.2948	0.00446
1.6932	0.00592
1.9920	0.00688

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = -1.022313E-05 + 3.469469E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9998118
Harga Sy	: 5.417397E-05
Harga V_x0	: 1.447126 %
Harga Xp	: 8.374305E-02

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_x0 \leq 2\%$ Harga Xp baik, $Xp < 0.0996$

2. Rentang panjang gelombang 620-638 nm

x	y
0.0996	0.00023
0.4980	0.00138
0.8964	0.00236
1.2948	0.00351
1.6932	0.00470
1.9920	0.00659

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = -2.923004E-05 + 3.170189E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9878879
Harga Sy	: 4.004916E-04
Harga V_x0	: 11.70811 %
Harga Xp	: 0.6319557

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi tidak memenuhi syarat, $V_x0 > 5\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat,

3. Rentang panjang gelombang 620-646 nm

x	y
0.0996	0.00046
0.4980	0.00251
0.8964	0.00424
1.2948	0.00629
1.6932	0.00836
1.9920	0.00978

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = -3.852994E-05 + 4.92295 E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9997315
Harga Sy	: 9.181818E-05
Harga V_x0	: 1.728549 %
Harga Xp	: 9.982072E-02

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_x0 \leq 2\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

4. Rentang panjang gelombang 620-650 nm

x	y
0.0996	0.00031
0.4980	0.00167
0.8964	0.00279
1.2948	0.00414
1.6932	0.00550
1.9920	0.00643

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = -1.230009E-05 + 3.230429E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9996865
Harga Sy	: 6.506496E-05
Harga V_x0	: 1.866661 %
Harga Xp	: 0.1076867

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_x0 \leq 2\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

5. Rentang panjang gelombang 626-638 nm

x	y
0.0996	0.00027
0.4980	0.00156
0.8964	0.00266
1.2948	0.00397
1.6932	0.00532
1.9920	0.00624

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = -6.81148E-05 + 3.155497E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9996374
 Harga S_y : $6.835286E-05$
 Harga V_{r0} : 2.007555 %
 Harga X_p : 0.1156948

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$

Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{r0} \leq 5\%$

Harga X_p tidak memenuhi syarat

6. Rentang panjang gelombang 626-646 nm

x	y
0.0996	0.00036
0.4980	0.00189
0.8964	0.00318
1.2948	0.00473
1.6932	0.00628
1.9920	0.00735

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = -2.035097E-05 + 3.69356E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9997061
 Harga S_y : $7.204076E-05$
 Harga V_{r0} : 1.807639 %
 Harga X_p : 0.1043271

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$

Variasi memenuhi syarat, $V_{r0} \leq 2\%$

Harga X_p tidak memenuhi syarat

7. Rentang panjang gelombang 626-650 nm

x	y
0.0996	0.00036
0.4980	0.00183
0.8964	0.00306
1.2948	0.00453
1.6932	0.00601
1.9920	0.00703

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = 3.290687E-06 + 3.521819E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9997117
 Harga Sy : 6.805771E-05
 Harga V_x0 : 1.790972 %
 Harga Xp : 0.1033779

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_x0 \leq 2\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

8. Rentang panjang gelombang 638-646 nm

x	y
0.0996	0.00066
0.4980	0.00339
0.8964	0.00569
1.2948	0.00842
1.6932	0.01110
1.9920	0.01298

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = 2.166186E-05 + 6.504484E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9997814
 Harga Sy : 1.094004E-04
 Harga V_x0 : 1.558779 %
 Harga Xp : 9.012975E-02

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_x0 \leq 2\%$ Harga Xp baik, $Xp < 0.0996$

9. Rentang panjang gelombang 638-650 nm

x	y
0.0996	0.00042
0.4980	0.00207
0.8964	0.00343
1.2948	0.00507
1.6932	0.00669
1.9920	0.00782

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = 3.72525E-05 + 3.904307E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.999726
 Harga S_y : 7.351254E-05
 Harga V_{r0} : 1.745003 %
 Harga X_p : 0.1007586

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_{r0} \leq 2\%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

10. Rentang panjang gelombang 646-650 nm

x	y
0.0996	0.00047
0.4980	0.00195
0.8964	0.00312
1.2948	0.00461
1.6932	0.00601
1.9920	0.00705

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = 1.320449E-04 + 3.462733E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9996309
 Harga S_y : 7.569275E-05
 Harga V_{r0} : 2.025881 %
 Harga X_p : 0.1167352

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{r0} \leq 5\%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

11. Rentang panjang gelombang 652-654 nm

x	y
0.0996	0.00021
0.4980	0.00218
0.8964	0.00418
1.2948	0.00661
1.6932	0.00785
1.9920	0.00890

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = -7.328958E-05 + 4.691032-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9951833
Harga Sy	: 3.716609E-04
Harga V_{x0}	: 7.342721 %
Harga Xp	: 0.4075446

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$ Variasi tidak memenuhi syarat, $V_{x0} > 5\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

12. Rentang panjang gelombang 652-656 nm

x	y
0.0996	-0.00047
0.4980	-0.00134
0.8964	-0.00211
1.2948	-0.00295
1.6932	-0.00366
1.9920	-0.00428

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = -3.132269E-04 - 1.997318E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9996717
Harga Sy	: 4.118959E-05
Harga V_{x0}	: 1.911255 %
Harga Xp	: 0.1102232

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_{x0} \leq 2\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

13. Rentang panjang gelombang 652-658 nm

x	y
0.0996	-0.00031
0.4980	-0.00163
0.8964	-0.00271
1.2948	-0.00385
1.6932	-0.00504
1.9920	-0.00581

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = -1.035464E-04 - 2.892913E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9995655
 Harga Sy : 6.860265E-05
 Harga V_{r0} : 2.197779 %
 Harga Xp : 0.1264806

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{r0} \leq 5\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

14. Rentang panjang gelombang 654-656 nm

x	y
0.0996	-0.00112
0.4980	-0.00508
0.8964	-0.00948
1.2948	-0.01357
1.6932	-0.01572
1.9920	-0.01834

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = -7.318199E-04 - 9.100877E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9948806
 Harga Sy : 7.435119E-04
 Harga V_{r0} : 7.571524 %
 Harga Xp : 0.4196005

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi tidak memenuhi syarat, $V_{r0} > 5\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

15. Rentang panjang gelombang 654-658 nm

x	y
0.0996	-0.00099
0.4980	-0.00416
0.8964	-0.00777
1.2948	-0.01119
1.6932	-0.01336
1.9920	-0.01553

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = -4.957517E-04 - 7.727138E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9971583
 Harga Sy : 4.695329E-04
 Harga V_{r0} : 5.631524 %
 Harga Xp : 0.3162405

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$
 Variasi tidak memenuhi syarat, $V_{r0} > 5\%$
 Harga Xp tidak memenuhi syarat

16. Rentang panjang gelombang 656-658 nm

x	y
0.0996	-0.00136
0.4980	-0.00519
0.8964	-0.01014
1.2948	-0.01468
1.6932	-0.01745
1.9920	-0.02026

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = -5.94441E-04 - 1.011945E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9966819
 Harga Sy : 6.646669E-04
 Harga V_{r0} : 6.087311 %
 Harga Xp : 0.3407607

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$
 Variasi tidak memenuhi syarat, $V_{r0} > 5\%$
 Harga Xp tidak memenuhi syarat

17. Rentang panjang gelombang 658-666 nm

x	y
0.0996	-0.00091
0.4980	-0.00386
0.8964	-0.00654
1.2948	-0.00968
1.6932	-0.01287
1.9920	-0.01501

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = -6.776345E-05 - 7.485854E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.99966769
Harga Sy	: 1.530766E-04
Harga V_{x0}	: 1.895161 %
Harga Xp	: 0.1093079

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_{x0} \leq 2\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

18. Rentang panjang gelombang 658-674

x	y
0.0996	-0.00078
0.4980	-0.00376
0.8964	-0.00644
1.2948	-0.00965
1.6932	-0.01292
1.9920	-0.01516

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 1.110531E-04 - 7.626865E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.999545
Harga Sy	: 1.851454E-04
Harga V_{x0}	: 2.249807 %
Harga Xp	: 0.1294255

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{x0} \leq 5\%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

19. Rentang panjang gelombang 658-682 nm

x	y
0.0996	-0.00064
0.4980	-0.00323
0.8964	-0.00554
1.2948	-0.00830
1.6932	-0.01122
1.9920	-0.01314

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 1.458782E-04 - 6.633499E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9994192
Harga Sy	: 1.819043E-04
Harga V_{r0}	: 2.541434 %
Harga Xp	: 0.1458906

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2 \% < V_{r0} \leq 5 \%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

20. Rentang panjang gelombang 658-688 nm

x	y
0.0996	-0.00056
0.4980	-0.00282
0.8964	-0.00485
1.2948	-0.00728
1.6932	-0.00983
1.9920	-0.01152

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 1.341851E-04 - 5.817904E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9994243
Harga Sy	: 1.588432E-04
Harga V_{r0}	: 2.530351 %
Harga Xp	: 0.1452661

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2 \% < V_{r0} \leq 5 \%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

21. Rentang panjang gelombang 666-674 nm

x	y
0.0996	-0.00068
0.4980	-0.00381
0.8964	-0.00660
1.2948	-0.00997
1.6932	-0.01344
1.9920	-0.01584

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 2.768058E-04 - 8.032257E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9994395
Harga S_y	: 2.1641E-04
Harga V_{x0}	: 2.496999 %
Harga X_p	: 0.1433863

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2 \% < V_{x0} \leq 5 \%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

22. Rentang panjang gelombang 666-682 nm

x	y
0.0996	-0.00051
0.4980	-0.00300
0.8964	-0.00521
1.2948	-0.00790
1.6932	-0.01070
1.9920	-0.01262

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 2.676678E-04 - 6.417363E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9993385
Harga S_y	: 1.87852E-04
Harga V_{x0}	: 2.712925 %
Harga X_p	: 0.1555406

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2 \% < V_{x0} \leq 5 \%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

23. Rentang panjang gelombang 666-688 nm

x	y
0.0996	-0.00044
0.4980	-0.00251
0.8964	-0.00438
1.2948	-0.00664
1.6932	-0.00898
1.9920	-0.01059

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 2.180506E-04 - 5.382809E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9993638
Harga S_y	: 1.545068E-04
Harga V_{r0}	: 2.660217 %
Harga X_p	: 0.1525772

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{r0} \leq 5\%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

24. Rentang panjang gelombang 674-682 nm

x	y
0.0996	-0.00033
0.4980	-0.00213
0.8964	-0.00374
1.2948	-0.00573
1.6932	-0.00786
1.9920	-0.00930

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 2.855589E-04 - 4.75801E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9989758
Harga S_y	: 1.733282E-04
Harga V_{r0}	: 3.376156 %
Harga X_p	: 0.1926384

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{r0} \leq 5\%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

25. Rentang panjang gelombang 674-688 nm

x	y
0.0996	-0.00028
0.4980	-0.00172
0.8964	-0.00305
1.2948	-0.00467
1.6932	-0.00635
1.9920	-0.00749

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 2.082752E-04 - 3.832198E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9992241
Harga Sy	: 1.21509E-04
Harga V_r0	: 2.93859 %
Harga Xp	: 0.1682027

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2 \% < V_r0 \leq 5 \%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

26. Rentang panjang gelombang 682-688 nm

x	y
0.0996	-0.00016
0.4980	-0.00108
0.8964	-0.00191
1.2948	-0.00288
1.6932	-0.00393
1.9920	-0.00464

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 6
Persamaan garis	: $y = 1.265178E-04 - 2.372429E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.999357
Harga Sy	: 6.846678E-05
Harga V_r0	: 2.674639 %
Harga Xp	: 0.1533882

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2 \% < V_r0 \leq 5 \%$

Harga Xp tidak memenuhi syarat

27. Pengamatan pada satu panjang gelombang, 652 nm

x	y
0.0996	0.02389
0.4980	0.11055
0.8964	0.19350
1.2948	0.27874
1.6932	0.37474
1.9920	0.44252

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = absorban

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = -9.431329E-04 + 0.2208216x$
 Koefisien korelasi : 0.9996925
 Harga Sy : 4.404543E-03
 Harga V_{r0} : 1.848578 %
 Harga X_p : 0.1066578

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_{r0} \leq 2\%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

28. Pengamatan pada satu panjang gelombang, 654 nm

x	y
0.0996	0.03429
0.4980	0.13363
0.8964	0.25388
1.2948	0.36089
1.6932	0.45136
1.9920	0.51805

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = absorban

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = 0.0124142 + 0.2591311x$
 Koefisien korelasi : 0.9987357
 Harga Sy : 1.049136E-02
 Harga V_{r0} : 3.752241 %
 Harga X_p : 0.2135196

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{r0} \leq 5\%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

29. Pengamatan tiga panjang gelombang pada 642, 652, dan 662 nm

x	y
0.0996	0.00626
0.4980	0.02818
0.8964	0.04630
1.2948	0.06729
1.6932	0.08842
1.9920	0.10302

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = 1.563906E-03 + 0.0509865x$
 Koefisien korelasi : 0.9997805
 Harga S_y : 8.597609E-04
 Harga V_{x0} : 1.562791 %
 Harga X_p : 9.035908E-02

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$

Variasi memenuhi syarat, $V_{x0} \leq 2\%$

Harga X_p baik, $X_p < 0.0996$

30. Pengamatan tiga panjang gelombang pada 644, 654, dan 664 nm

x	y
0.0996	0.00487
0.4980	0.03613
0.8964	0.08491
1.2948	0.12745
1.6932	0.16330
1.9920	0.19385

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban

Jumlah data : 6
 Persamaan garis : $y = -8.137866E-03 + 0.1018439x$
 Koefisien korelasi : 0.9987258
 Harga S_y : 4.138981E-03
 Harga V_{x0} : 3.766492 %
 Harga X_p : 0.2143087

Korelasi baik, r hitung > r tabel untuk $P < 0.05$

Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{x0} \leq 5\%$

Harga X_p tidak memenuhi syarat

Lampiran 3: Analisis Regresi Linear Untuk Linearitas Standar LAS

26 May 00 SPSS for MS WINDOWS Release 6.0

* * * * M U L T I P L E R E G R E S S I O N * * * *

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y1 rata-rata beda absorban 620-626

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99981
R Square .99962
Adjusted R Square .99953
Standard Error 5.41740E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00003	.00003
Residual	4	.00000	.00000

F = 10612.69468 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y2 rata-rata beda absorban 620-638

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .98789
R Square .97592
Adjusted R Square .96990
Standard Error 4.00492E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00003	.00003
Residual	4	.00000	.00000

F = 162.13074 Signif F = .0002

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y3 rata-rata beda absorban 620-646

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99973
 R Square .99946
 Adjusted R Square .99933
 Standard Error 9.18182E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00006	.00006
Residual	4	.00000	.00000

F = 7438.33136 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y4 rata-rata beda absorban 620-650

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99969
 R Square .99937
 Adjusted R Square .99922
 Standard Error 6.50650E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00003	.00003
Residual	4	.00000	.00000

F = 6378.34307 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y5 rata-rata beda absorban 626-638

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99964
R Square .99928
Adjusted R Square .99909
Standard Error 6.83528E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00003	.00003
Residual	4	.00000	.00000

F = 5514.47900 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y6 rata-rata beda absorban 626-646

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99971
R Square .99941
Adjusted R Square .99927
Standard Error 7.20408E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00004	.00004
Residual	4	.00000	.00000

F = 6801.66854 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y7 rata-rata beda absorban 626-650

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99971
 R Square .99942
 Adjusted R Square .99928
 Standard Error 6.80577E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00003	.00003
Residual	4	.00000	.00000

F = 6928.84806 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y8 rata-rata beda absorban 638-646

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99978
 R Square .99956
 Adjusted R Square .99945
 Standard Error 1.09400E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00011	.00011
Residual	4	.00000	.00000

F = 9146.79642 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y9 rata-rata beda absorban 638-650

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99973
R Square .99945
Adjusted R Square .99932
Standard Error 7.35125E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00004	.00004
Residual	4	.00000	.00000

F = 7298.72885 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y10 rata-rata beda absorban 646-65

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99963
R Square .99926
Adjusted R Square .99908
Standard Error 7.56928E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00003	.00003
Residual	4	.00000	.00000

F = 5415.15758 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y11 rata-rata beda absorban 652-654

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99518
R Square .99039
Adjusted R Square .98799
Standard Error 3.71661E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00006	.00006
Residual	4	.00000	.00000

F = 412.21597 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y12 rata-rata beda absorban 652-656

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99967
R Square .99934
Adjusted R Square .99918
Standard Error 4.11896E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00001	.00001
Residual	4	.00000	.00000

F = 6084.17408 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y13 rata-rata beda absorban 652-658
 Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
 1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99957
 R Square .99913
 Adjusted R Square .99891
 Standard Error 6.86027E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00002	.00002
Residual	4	.00000	.00000

F = 4601.19534 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y14 rata-rata beda absorban 654-656
 Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
 1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99488
 R Square .98979
 Adjusted R Square .98723
 Standard Error 7.43512E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00021	.00021
Residual	4	.00000	.00000

F = 387.67882 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y15 rata-rata beda absorban 654-658

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99716
 R Square .99432
 Adjusted R Square .99291
 Standard Error 4.69533E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00015	.00015
Residual	4	.00000	.00000

F = 700.78740 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y16 rata-rata beda absorban 656-658

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99668
 R Square .99338
 Adjusted R Square .99172
 Standard Error 6.64667E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00026	.00026
Residual	4	.00000	.00000

F = 599.77367 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y17 rata-rata beda absorban 658-666

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99968
 R Square .99935
 Adjusted R Square .99919
 Standard Error 1.53077E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00014	.00014
Residual	4	.00000	.00000

F = 6187.95541 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y18 rata-rata beda absorban 658-674

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99954
 R Square .99909
 Adjusted R Square .99886
 Standard Error 1.85145E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00015	.00015
Residual	4	.00000	.00000

F = 4390.84067 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y19 rata-rata beda absorban 658-682

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99942
 R Square .99884
 Adjusted R Square .99855
 Standard Error 1.81904E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00011	.00011
Residual	4	.00000	.00000

F = 3440.96932 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y20 rata-rata beda absorban 658-688

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99942
 R Square .99885
 Adjusted R Square .99856
 Standard Error 1.58843E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00009	.00009
Residual	4	.00000	.00000

F = 3471.17694 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y21 rata-rata beda absorban 666-674

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99944
 R Square .99888
 Adjusted R Square .99860
 Standard Error 2.16410E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00017	.00017
Residual	4	.00000	.00000

F = 3564.52750 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y22 rata-rata beda absorban 666-682

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99934
 R Square .99868
 Adjusted R Square .99835
 Standard Error 1.87852E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00011	.00011
Residual	4	.00000	.00000

F = 3019.69954 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y23 rata-rata beda absorban 666-688

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99936
 R Square .99873
 Adjusted R Square .99841
 Standard Error 1.54507E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00007	.00007
Residual	4	.00000	.00000

F = 3140.55245 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y24 rata-rata beda absorban 674-682

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99884
 R Square .99767
 Adjusted R Square .99709
 Standard Error 1.84047E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00006	.00006
Residual	4	.00000	.00000

F = 1715.58724 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y25 rata-rata beda absorban 674-688

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99922
 R Square .99845
 Adjusted R Square .99806
 Standard Error 1.21509E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00004	.00004
Residual	4	.00000	.00000

F = 2573.71585 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y26 rata-rata beda absorban 682-688

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99936
 R Square .99871
 Adjusted R Square .99839
 Standard Error 6.84668E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00001	.00001
Residual	4	.00000	.00000

F = 3106.76526 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y652 absorban pada 652 nm

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99969
 R Square .99939
 Adjusted R Square .99923
 Standard Error 4.40453E-03

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.12617	.12617
Residual	4	.00008	.00002

F = 6503.76559 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y654 absorban pada 654 nm

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99874
 R Square .99747
 Adjusted R Square .99684
 Standard Error .01049

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.17375	.17375
Residual	4	.00044	.00011

F = 1578.54576 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. BEDAA652 beda absorban 3 wavelengt

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99978
 R Square .99956
 Adjusted R Square .99945
 Standard Error 8.59761E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00673	.00673
Residual	4	.00000	.00000

F = 9099.90092 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. BEDAA654 beda absorban 3 wavelengt

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99873
 R Square .99745
 Adjusted R Square .99682
 Standard Error 4.13898E-03

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.02684	.02684
Residual	4	.00007	.00002

F = 1566.62442 Signif F = .0000

Lampiran 4: Uji Validasi IDR Menggunakan Program Validasi (PV)

1. Rentang panjang gelombang 620-626 nm

x	y
0.1295	0.00018
0.1992	0.00041
0.3984	0.00087
0.5976	0.00134
0.7968	0.00189
0.8964	0.00206
0.9960	0.00234
1.4940	0.00356
1.9920	0.00478
2.4900	0.00600
2.9880	0.00706
3.5856	0.00869

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

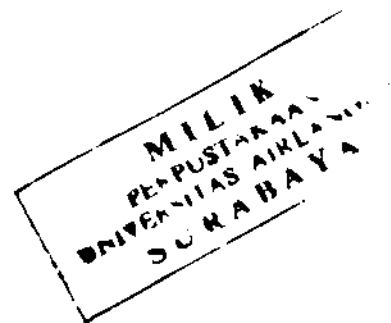
y = beda absorbansi rata-rata

Jumlah data : 12
 Persamaan garis : $y = -9.68219E-05 + 2.4355991E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9998546
 Harga S_y : $4.972245E-05$
 Harga V_{x0} : 1.479033 %
 Harga X_p : $8.133449E-02$

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$

Variasi memenuhi syarat, $V_{x0} \leq 2\%$

Harga X_p baik, $X_p < 0.12948$



2. Rentang panjang gelombang 620-646 nm

x	y
0.1295	0.00025
0.1992	0.00056
0.3984	0.00124
0.5976	0.00190
0.7968	0.00276
0.8964	0.00303
0.9960	0.00341
1.4940	0.00522
1.9920	0.00703
2.4900	0.00884
2.9880	0.01111
3.5856	0.01282

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data : 12
 Persamaan garis : $y = -2.372585E-04 + 3.683833E-03x$
 Koefisien korelasi : 0.9995664
 Harga S_y : 1.29889E-04
 Harga $V_{x,0}$: 2.554477 %
 Harga X_p : 0.1401558

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$

Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{x,0} \leq 5\%$

Harga X_p tidak memenuhi syarat

3. Rentang panjang gelombang 638-646 nm

x	y
0.1295	0.00035
0.1992	0.00079
0.3984	0.00171
0.5976	0.00260
0.7968	0.00381
0.8964	0.00413
0.9960	0.00467
1.4940	0.00714
1.9920	0.00961
2.4900	0.01207
2.9880	0.01493
3.5856	0.01750

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban rata-rata

Jumlah data	: 12
Persamaan garis	: $y = -2.878132E-04 + 4.996761E-03x$
Koefisien korelasi	: 0.9997973
Harga S_y	: $1.204199E-04$
Harga $V_{r,0}$: 1.745981 %
Harga X_p	: $9.595984E-02$

Korelasi baik, $r_{hitung} > r_{tabel}$ untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $V_{r,0} \leq 2\%$ Harga X_p baik, $X_p < 0.12948$

4. Pengamatan pada satu panjang gelombang, 652 nm

x	y
0.1295	0.01390
0.1992	0.03090
0.3984	0.07278
0.5976	0.11195
0.7968	0.16306
0.8964	0.18097
0.9960	0.20316
1.4940	0.31180
1.9920	0.44252
2.4900	0.52910
2.9880	0.65650
3.5856	0.76813

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = absorban

Jumlah data : 12
 Persamaan garis : $y = -1.494639E-02 + 0.2212169x$
 Koefisien korelasi : 0.9995729
 Harga S_y : 7.740576E-03
 Harga V_{r0} : 2.535035 %
 Harga X_p : 0.1390949

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$ Variasi memenuhi syarat, $2\% < V_{r0} \leq 5\%$ Harga X_p tidak memenuhi syarat

5. Pengamatan pada satu panjang gelombang, 654 nm

x	y
0.1295	0.02141
0.1992	0.05878
0.3984	0.10740
0.5976	0.16479
0.7968	0.22177
0.8964	0.25218
0.9960	0.28067
1.4940	0.42506
1.9920	0.58946
2.4900	0.71385
2.9880	0.88900
3.5856	1.03152

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = absorban

Jumlah data : 12
 Persamaan garis : $y = -9.831099E-03 + 0.294253x$
 Koefisien korelasi : 0.999591
 Harga S_y : 1.007536E-02
 Harga $V_{r,0}$: 2.480667 %
 Harga X_p : 0.1361273

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$

Variasi kurang memenuhi syarat, $2\% < V_{r,0} \leq 5\%$

Harga X_p tidak memenuhi syarat

6. Pengamatan tiga panjang gelombang pada 642, 652, dan 662 nm

x	y
0.1295	0.00374
0.1992	0.00783
0.3984	0.01623
0.5976	0.02461
0.7968	0.03494
0.8964	0.03824
0.9960	0.04311
1.4940	0.06551
1.9920	0.08791
2.4900	0.11031
2.9880	0.13671
3.5856	0.15959

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorbansi

Jumlah data : 12
 Persamaan garis : $y = -1.978747E-03 + 4.542976E-02x$
 Koefisien korelasi : 0.9997741
 Harga S_y : 1.155799E-03
 Harga V_{r0} : 1.843196 %
 Harga X_p : 0.1012819

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$

Variasi memenuhi syarat, $V_{r0} \leq 2\%$

Harga X_p baik, $X_p < 0.12948$

7. Pengamatan tiga panjang gelombang pada 644, 654, dan 664 nm

x	y
0.1295	0.01156
0.1992	0.03622
0.3984	0.05217
0.5976	0.07938
0.7968	0.09667
0.8964	0.11280
0.9960	0.12434
1.4940	0.18449
1.9920	0.24464
2.4900	0.30478
2.9880	0.36493
3.5856	0.43710

Keterangan :

x = konsentrasi (ppm)

y = beda absorban

Jumlah data : 12
 Persamaan garis : $y = 4.052475E-03 + 0.1207747x$
 Koefisien korelasi : 0.9996288
 Harga S_y : 3.938401E-03
 Harga V_{r0} : 2.362509 %
 Harga X_p : 0.1296754

Korelasi baik, r hitung $>$ r tabel untuk $P < 0.05$
 Variasi kurang memenuhi syarat, $2 \% < V_{r0} \leq 5 \%$
 Harga X_p tidak memenuhi syarat

Lampiran 5: Analisis Regresi Linear Untuk IDR Standar LAS

02 Jun 00 SPSS for MS WINDOWS Release 6.0

* * * * MULTIPLE REGRESSION * * * *

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y1 rata-rata beda absorban 620-626

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99985
R Square .99971
Adjusted R Square .99968
Standard Error 4.97226E-05

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00008	.00008
Residual	10	.00000	.00000

F = 34371.71597 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y3 rata-rata beda absorban 620-646

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number
1.. X konsentrasi (ppm)Multiple R .99957
R Square .99913
Adjusted R Square .99905
Standard Error 1.29889E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00019	.00019
Residual	10	.00000	.00000

F = 11522.77968 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y8 rata-rata beda absorban 638-646

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99980
 R Square .99959
 Adjusted R Square .99955
 Standard Error 1.20420E-04

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.00036	.00036
Residual	10	.00000	.00000

F = 24664.94568 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y652 absorban pada 652 nm

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99957
 R Square .99915
 Adjusted R Square .99906
 Standard Error 7.74059E-03

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.70103	.70103
Residual	10	.00060	.00006

F = 11700.04762 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. Y654 absorban pada 654 nm

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99959
 R Square .99918
 Adjusted R Square .99910
 Standard Error .01007

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	1.24034	1.24034
Residual	10	.00102	.00010

F = 12219.55885 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. BEDAA652 beda abs 3 wavelength

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99977
 R Square .99955
 Adjusted R Square .99950
 Standard Error 1.15580E-03

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.02957	.02957
Residual	10	.00001	.00000

F = 22131.82538 Signif F = .0000

Listwise Deletion of Missing Data

Equation Number 1 Dependent Variable.. BEDAA654 beda abs 3 wavelength

Block Number 1. Method: Enter X

Variable(s) Entered on Step Number

1.. X konsentrasi (ppm)

Multiple R .99963
 R Square .99926
 Adjusted R Square .99918
 Standard Error 3.93840E-03

Analysis of Variance

	DF	Sum of Squares	Mean Square
Regression	1	.20896	.20896
Residual	10	.00016	.00002

F = 13471.40712 Signif F = .0000



UNIVERSITAS AIRLANGGA

PROGRAM PASCASARJANA

Nomor : 502 /J03.11/PP/2000

17 Februari 2000 ✓

Lamp

Hal : Izin melaksanakan penelitian

Yth. Bapak Gubernur Kepala Daerah Tingkat I
Propinsi Jawa Timur
U.p. Direktorat Sosial Politik
Jl. Putat Indah No. 1
Surabaya - 60189

Guna penulisan penelitian untuk Tesis peserta Program Magister Program Studi Ilmu Farmasi angkatan tahun 1998/1999 Program Pascasarjana Universitas Airlangga,

Nama : Azidi Irwan, S. Si.

Nim : 099813063 / M

Judul : PENENTUAN LAS (Linear Alkylbenzene Sulfonate) DALAM SAMPEL DETERJEN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis CARA DERIVATIF MODERN (AA Average Measurement).

Pembimbing : Prof. Dr. H. Muhammad Mulja, Apt. ✓

Pembimbing I : Dr. H. Achmad Syahrani, Apt., M.S. ✓

Maka dengan ini kami mohon perkenan Bapak untuk memberikan rekomendasi bagi yang bersangkutan untuk melaksanakan penelitian di :

1. Sampel Air minum ke PDAM Kotamadya Surabaya, jumlah 50 liter
2. Peminjaman alat sampling air (botol timba) type Casella ke Balai Laboratorium Kesehatan, Kanwil Depkes Propinsi Daerah Tingkat I Jawa Timur.

Demikian dan atas bantuan Bapak, kami sampaikan terima kasih.

Mengetahui
A.n. Rektor
Pembantu Rektor I,



Direktur
Bidang Akademik,

Prof. Dr. Med. Puruhito, dr.
NIP. 130325832

Prof. Dr. H. Pitono Soeparto, dr.
NIP. 130517186

SURAT KETERANGAN

ASLI

Untuk melakukan survey / research
Nomor 072 **0334** 303 2000

Membaca : **SRT. DIREKTUR PROGRAM PASCASARJANA UNAIR SURABAYA 17 FEB'2000 NO. 502/J03.11/PP/2000**

Mengingat 1. Instruksi Menteri Dalam Negeri No. 3 Tahun 1977
2. Surat Gubernur Kepala Daerah Tk I Jawa Timur Tgl. 17 Jan 1977 No. Gab. 187 / 1977
dengan ini menyatakan **TIDAK KEBERATAN** dilakukan survey / research oleh

Nama Penanggung Jawab : **AZIDI IRWAN, S.Si**
MHS. PROGRAM PASCASARJANA UNAIR, SURABAYA
Alamat : **B/A JL. DHARMAWANGSA BALAM SELATAN SURABAYA**
Thema / Acara survey / research : **" PENENTUAN LAS (Linear Alkylbenzene Sulfonate)
BALAM SAMPEL BETERJEN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis
CARA BEMIVATIF MODERN (AA Average Measurement) "**
Daerah / tempat dilakukan survey / research : **KOTA SURABAYA**
Lamanya survey / research : **1 (SATU) BULAN TERHITUNG TGL. SURAT BIKELUARKAN**
Pengikut / peserta survey / research :

dengan ketentuan / ketentuan sebagai berikut

1. Dalam melaksanakan kegiatan di daerah tersebut berdasarkan tempat yang dituju diwajibkan melaporkan kedatangannya kepada Bupati / Walikota dan Kepala Desa / Kepala RT setempat
2. Menjalani ketentuan / ketentuan yang berlaku dalam daerah tersebut Pemerintah setempat
3. Menjaga ketertiban, keamanan, kesopanan dan kesusilaan serta menghindari pernyataan / pernyataan baik dengan lisan ataupun tulisan / lukisan yang dapat menimbulkan pengangguhan atau menghina agama, bangsa dan negara dan suatu golongan penduduk
4. Tidak diperkenankan mengabaikan kegiatan / kegiatan diluar ketentuan / ketentuan yang telah ditetapkan sebagai tersebut di atas
5. Setelah berakhirnya dilakukan survey / research, diwajibkan terlebih dahulu melaporkan kepada Pejabat Pemerintah setempat mengenai selesainya pelaksanaan survey / research, sebelum meninggalkan daerah tempat survey / research
6. Dalam jangka waktu satu bulan setelah selesai dilakukannya survey / research, diwajibkan memberikan laporan tentang pelaksanaan dan hasil-hasilnya kepada

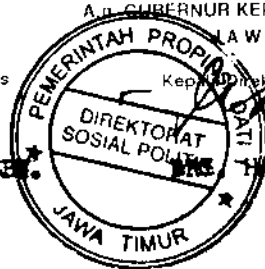
1. Ketua BAPPEDA Prop. Daerah Tk I Jawa Timur
2. Kepala Direktorat Sospol Prop. Daerah Tk I Jawa Timur
3. Bupati / Walikota dan Kepala Daerah Tk II yang bersangkutan
4. Kanwil / Direktorat / Dinas / Jawatan / Lembaga yang bersangkutan
5.

Surat keterangan ini akan dicabut dan dinyatakan tidak berlaku apabila ternyata bahwa pemegang surat keterangan ini tidak memenuhi ketentuan-ketentuan sebagai tersebut di atas

TEMBUSAN disampaikan kepada

1. Yth Pangdam V - Brawijaya
2. " Kapolda Jawa Timur
3. " Ketua Bappeda Prop. Daerah Tk I Jawa Timur
4. " Kanwil / Direktorat / Dinas / Jawatan / Lembaga / Lembaga ybs
5. " Pembantu Gubernur di **SURABAYA**
6. " Bupati Kepala Daerah Tk II **SURABAYA**
7. " Walikota dan Kepala Daerah Tingkat II **SURABAYA**
8. " **DIREKTUR PROGRAM PASCASARJANA UNAIR SURABAYA**

Surabaya, **7 APRIL 2000**
A. GUBERNUR KEPALA DAERAH TINGKAT I
JAWA TIMUR



[Handwritten Signature]
HADI SUTANTO

KANTOR SOSIAL POLITIK

Jalan Jaksa Agung Suprpto Nomor 6
Telp. 5343051 - 57 Pes. 178, 354, 355 dan 5312144 Pes. 536, 538
SURABAYA

SURAT KETERANGAN

Untuk melakukan survey/reseach
Nomor : 072/ 509 /402.8.02/2000

MEMBACA SURAT DARI : KEPALA DIREKTORAT SOSPOL PROP. JAWA TIMUR
TANGGAL : 7 APRIL 2000 NOMOR : 072/0334/303/2000
PERIHAL : IJIN MELAKUKAN SURVEY

MENGINGAT 1. Instruksi Menteri Dalam Negeri No. 3 Tahun 1972
2. Surat Gubernur Kepala Daerah Tingkat I Jatim Tanggal 17 Juli 1972
No. Gub./187/1972

Dengan ini menyatakan tidak keberatan/keberatan dilakukan survey/reseach oleh :

Nama : AZIDI IRWAN, S.Si
Alamat : D/A. Jl. Dharmawangsa Dalam Selatan Surabaya
Pekerjaan : Mhs. Program Pascasarjana Unair Surabaya
Tema/acara Survey/Research : "PENENTUAN LAS (Linear Alkylbenzene Sulfonate)
DALAM SAMPEL DETERJEN DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI
UV-Vis CARA DERIVATIF MODERN (AA Average Measurement)
Daerah/tempat dilakukan Survey/Research : Kota Surabaya
Lamanya Survey/Research : 1 (Satu) bulan terhitung mulai tgl. surat keluar.
Pengikut : _____

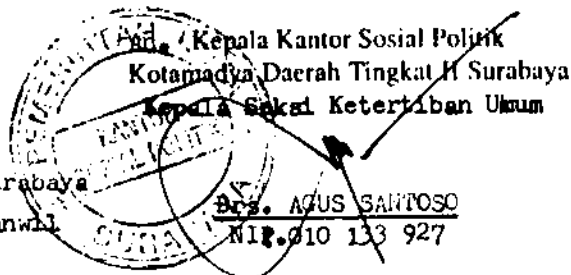
Dengan syarat-syarat/ketentuan-ketentuan sebagai berikut :

1. Yang bersangkutan harus mentaati ketentuan-ketentuan/peraturan-peraturan yang berlaku dimana dilakukannya kegiatan survey/Research.
2. Dilarang mempergunakan questionnaire diluar disign yang telah ditentukan.
3. Yang bersangkutan sebelum dan sesudah melakukan survey/research harap melaporkan pelaksanaannya dan hasilnya kepada Dinas/Instansi yang bersangkutan dan kepada Bp. Walikota/Kotamadya Kepala Daerah Tingkat II Surabaya cq Kepala Kantor Sosial Politik Kotamadya DII Surabaya
4. Surat Keterangan ini akan dicabut/tidak berlaku apabila yang bersangkutan tidak mematuhi syarat-syarat serta ketentuan-ketentuan seperti tersebut diatas.

Surabaya, 10 April 2000

TEMBUSAN : Kepada Yth.

1. Gubernur KDH Tingkat I Jatim
up. Kadit Sospol di Surabaya
2. Pembantu Gubernur KDH Tk. I Jatim
di Surabaya
3. Sdr. Direktur Utama PDAM Kota Surabaya
4. Sdr. Ka Balai Lab. Kesehatan, Kanwil
Depkes Prop. Jatim.





PEMERINTAH KOTA SURABAYA

PERUSAHAAN DAERAH AIR MINUM

Jl. Mayjen. Prof. Dr. Moestopo No. 2 Telp 031 - 5039373, 5039392, 5039676 Fax. 5030100 Telex 31921 - PDAMSB IA

SURABAYA

Surabaya,

Nomor : 072/ 324 /402.07.01/2000
Lampiran : -
Perihal : Permohonan Sampel Air

K e p a d a
Yth. Ketua Program Studi Ilmu Farmasi
Program Pascasarjana UNAIR
Jl. Airlangga No. 4

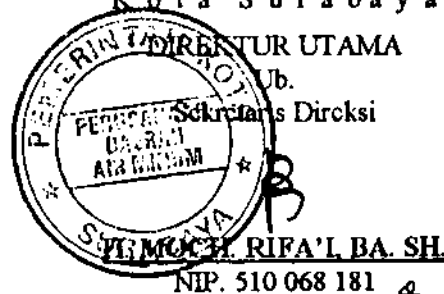
SURABAYA

Selubungan dengan surat Saudara tanggal 09 Pebruari 2000 perihal sebagaimana tersebut pada pokok surat, dengan ini diberitahukan bahwa permohonan Saudara tersebut dapat kami setujui dan pelaksanaannya dijadwalkan sebagai berikut :

H a r i : R A B U
T a n g g a l : 19 April 2000
M u l a i P u k u l : 08.⁰⁰ WIB s/d Selesai
J u n d a h P e s e r t a : 1 (Satu) Orang
T e m p a t : Lit - Bang; IPAM Ngagel III dan IPA Interim Kayoon.
C a t a t a n : Hasil kerja praktek / penelitian / kunjungan agar dilaporkan secara tertulis dan disampaikan kepada Urusan Tata Usaha PDAM Kota Surabaya.

Demikian untuk dilaksanakan dengan sebaik-baiknya dan penuh tanggung jawab.

A.n. Direksi Perusahaan Daerah Air Minum
K o t a S u r a b a y a



Tembusan :

- Yth. 1. Bp. Direktur Teknik;
2. Sdr. Kepala Lit - Bang;
3. Sdr. Kabag. IPAM Ngagel III;
4. Sdr. Kabag. IPA Interim Kayoon;
5. Sdr. Kaur. Tata Usaha;
6. Sdr. Kaur. Kepegawaian c/q. Diklat;
7. Sdr. Kaur. Pengamanan
PDAM Kota Surabaya
8. Sdr. Azidi Irwan, S.Si.
d/a. Program Pascasarjana UNAIR Surabaya