



Uncertainty Estimation of the Fe Content Measurement in the Clean Water Using UV-Vis Spectrophotometer

Estimasi Ketidakpastian pada Pengujian Kandungan Besi dalam Air Bersih Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Adisyahputra*

Department of Chemistry, University of Bangka Belitung
Kampus Terpadu Universitas Bangka Belitung, Bangka, Bangka Belitung, 33172

*Corresponding author: putra_4d88@yahoo.com

ABSTRACT

Good laboratories should be able to apply procedures uncertainty for measuring of both conventional and instrument equipment. As well as the testing for Fe content using UV-Vis Spectrophotometer. As for the purpose for calculating the uncertainty estimated to determine the range of values within which estimated the true value of the testing standard solution Fe using UV-Vis Spectrophotometer. The uncertainty estimation are influenced by several factors such as sample used, reading of spectrophotometer, repeatability, sample volume. The uncertainty of the calculation obtained a value of $\pm 0,02$ mg/L. Further testing of Fe content in the clean water using UV-Vis Spectrophotometer at the 500 nm wavelength which forms an orange solution as indication of Fe content in the water. The result of Fe content has quality standards according to the spesifications issued by ministry of health Republic of Indonesia in 2010 for drinking water.

Kata kunci: *UV-Vis Spectrophotometer, Estimation, Uncertainty*

PENDAHULUAN

Pengadaan air bersih untuk kebutuhan air minum harus memenuhi persyaratan sesuai dengan PerMenKes No.492/Menkes/Per/IV/2010. Salah satu komponen kimia yang dipersyaratkan adalah kandungan besi (Fe). Kadar maksimum Fe yang diperbolehkan sesuai dengan syarat yang dikeluarkan oleh Menteri Kesehatan Tahun 2010 yaitu maksimum sebesar 0,3 mg/L.

Pengujian kuantitatif kandungan Fe dalam air secara umum dapat dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Penggunaan instrumentasi ini biasa digunakan sebagai standar penentuan kadar Fe dalam air karena prosedur yang mudah dan hasil yang cukup baik sebagai pertimbangannya. Metode

analisis kuantitatif yang baik harus memenuhi beberapa persyaratan seperti mempunyai ketelitian yang tinggi, akurat, linieritas tinggi, limit deteksi-kuantitasi yang memenuhi syarat.

Kualitas dari hasil pengujian memerlukan penanganan prosedur yang benar dan melalui beberapa langkah pengukuran. Yang dimaksud dengan proses pengukuran itu sendiri adalah suatu proses yang meliputi spesifikasi besaran ukur, metode pengukuran dan prosedur pengukuran. Secara umum, hasil pengukuran hanya merupakan taksiran atau pendekatan nilai besaran ukur, oleh karena itu hasil tersebut hanya lengkap bila disertai dengan pernyataan ketidakpastian dari taksiran tersebut.

Nilai kualitas hasil pengujian dapat diukur secara kuantitatif dengan suatu besaran yang

disebut ketidakpastian, yang mana didalamnya sudah diperhitungkan semua komponen ketidakpastian yang bisa timbul selama pengukuran, sehingga nilai kuantitas yang diukur dapat diperkirakan letaknya berada dalam interval tertentu. Pada dasarnya nilai tertentu yang diketahui pengukuran kuantitatif hanya merupakan suatu perkiraan terhadap nilai benar (*true value*) dari sifat yang diukur. Ada beberapa faktor yang menjadi sumber ketidakpastian antara lain standar ukur atau bahan acuan, metode pengukuran, peralatan uji, personil yang melakukan uji, benda ukur atau maupun kondisi lingkungan.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan nilai ketidakpastian dari pengujian kandungan Fe dalam air bersih sehingga hasilnya nanti dapat digunakan untuk membandingkan kesamaan hasil yang diperoleh dari laboratorium atau sumber yang berbeda serta membandingkan suatu hasil dengan nilai acuan (*reference value*) yang diberikan oleh spesifikasi atau standar tertentu.

METODOLOGI

Bahan

FerroVer® Iron Reagent, Sampel air bersih, Larutan standar Fe, K_2CrO_4 dan H_2SO_4

Alat

Pipet Ukur, Pipet volume 10 ml., Cuvet 1 inch 10 ml, Filter Glass Holmium Oksida, dan Spektrofotometer HACH DR 5000.

Prosedur

a. Sampling air

Sampel yang digunakan diambil dari beberapa sumber air bersih yang digunakan untuk air minum.

b. Kalibrasi absorbansi (DP.01.17 SR-03)

Larutan K_2CrO_4 60 ppm yang direaksikan dengan larutan H_2SO_4 0,01 N digunakan untuk mengukur nilai absorbansi yang memiliki spesifikasi pada panjang gelombang 235, 257, 313 dan 350 nm.

c. Kalibrasi panjang gelombang

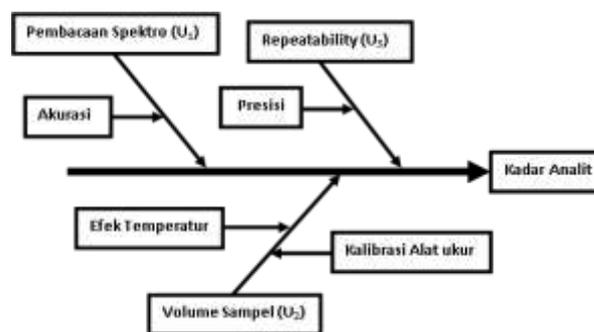
Dilakukan *scanning* dari panjang gelombang yang lebih tinggi ke yang lebih rendah menuju ke panjang gelombang yang nominal. Panjang gelombang yang dikalibrasi yaitu pada 279,30 nm, 360,85 nm, 536,40 nm, 637 nm.

d. Pembuatan larutan standar dan pengujian sampel. (HACH 8146)

Besi dalam suasana asam, direduksi oleh hidroksilamin hidroksida menjadi Fe^{2+} . Fe^{2+} dengan 1,10-*phenantroline* membentuk senyawa kompleks *ferro phenantroline* yang berwarna *orange* dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 500 nm.

e. Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran

Penentuan estimasi ketidakpastian dilakukan dengan mengidentifikasi sumber-sumber yang mungkin dapat mengakibatkan timbulnya ketidakpastian dalam pengujian kadar Fe yang berasal dari tahapan yang diamati dalam pengujian Fe, seperti pembacaan dari spektrofotometer, volume sampel, repeatabilitas berupa presisi dan akurasi pengukuran standar. Sumber-sumber ketidakpastian dari pengujian tersebut dapat dijabarkan dalam *cause and effect diagram* seperti yang ditampilkan pada gambar 1.



Gambar 1. Cause and Effect diagram

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian kalibrasi absorbansi

Kalibrasi absorbansi dilakukan untuk mengetahui apakah pembacaan absorbansinya masih tepat atau tidak dengan mengukur pada panjang gelombang yang telah ditentukan. Pengujian dilakukan sebanyak tiga kali seperti yang ditampilkan pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengujian kalibrasi absorbansi

Panjang Gelombang (nm)	Hasil Pembacaan				Spec
	Ke-1	Ke-2	Ke-3	Rerata	
235	0,740	0,741	0,741	0,741	0,740-0,756
257	0,861	0,861	0,862	0,861	0,856-0,874
313	0,289	0,291	0,291	0,290	0,289-0,295
350	0,638	0,638	0,639	0,638	0,634-0,646

Dari hasil pengujiian kalibrasi absorbansi yang telah dilakukan diperoleh rerata dari beberapa panjang gelombang yang telah ditentukan. Dari hasil pengujian tersebut dikatakan baik dikarenakan masih masuk ke dalam spesifikasi yang diacu.

Pengujian kalibrasi panjang gelombang

Kalibrasi panjang gelombang dilakukan menggunakan filter glass holmium oksida yang mempunyai panjang gelombang acuan. Kalibrasi panjang gelombang dilakukan untuk mengukur kemampuan suatu spektrofotometer untuk kembali pada posisi spektral yang sama, yang ditentukan dari panjang gelombang yang telah diketahui apabila dibaca pada panjang gelombang yang telah ditentukan. Hasil pembacaan kalibrasi panjang gelombang dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengujian kalibrasi panjang gelombang (λ)

Nilai Standar (nm)	Pembacaan Alat (nm)	Selisih (nm)	Spec
279,30	278,6	0,7	
360,85	361,0	-0,1	Max. ±
536,40	536,0	0,4	1nm
637,70	637,4	0,3	

Dari hasil pengujian kalibrasi panjang gelombang dari beberapa titik panjang gelombang yang telah ditentukan sebagai acuan masih sesuai dengan spesifikasi yang diacu. Hal ini dilakukan untuk melihat ketidakpastian yang bersumber kesalahan pembacaan yang terjadi pada alat instrumentasi.

Pengujian larutan standar

Tabel 3. Hasil pembacaan larutan standar

Kadar Fe (mg/L)	%Rec (Xi)	Rerata (X̄)	(Xi - X̄)	(Xi - X̄)²	SD
1,03	103	100,889	2,1111	4,4568	1,9003
1,02	102		1,1111	1,2346	
0,99	99		-1,8889	3,5679	
1,02	102		1,1111	1,2346	
1,03	103		2,1111	4,4568	
1,02	102		1,1111	1,2346	
0,98	98		-2,8889	8,3457	
0,99	99		-1,8889	3,5679	
1,00	100		-0,8889	0,7901	

1. Ketidakpastian baku individual (Ui)

a. Ketidakpastian dari akurasi spektrofotometer (U1)

Nilai ketidakpastian yang diberikan berasal dari pembacaan spektrofotometer yang

kemungkinan memberikan nilai ketidakpastian berdasarkan pengukuran dengan perhitungan menggunakan nilai standar deviasi dari % recovery menggunakan rumus pada persamaan 1:

$$U_1 = \frac{(SD/\sqrt{n}) \times (\% Recovery)}{\bar{X}} \dots\dots\dots (1)$$

Dari hasil perhitungan diperoleh nilai ketidakpastiannya sebesar 0,6467, dengan nilai standar deviasinya = 1,9003.

b. Ketidakpastian dari pengukuran volume (U2)

Ketidakpastian dari volume sampel ini berdasarkan evaluasi ketidakpastian baku tipe-B yang diperoleh dengan cara selain analisis statistik dari serangkaian pengukuran yang biasanya didasarkan pada pembenaran secara ilmiah menggunakan semua informasi yang relevan seperti data pengukuran sebelumnya, resolusi pembacaan alat ukur dan data sertifikat kalibrasi.

Perhitungan kalibrasi pipet dan efek temperatur ditentukan dengan distribusi segiempat atau *rectangular*, karena distribusi tersebut digunakan jika batas dapat ditentukan namun nilai besaran ukur tampak berada disemua tempat dalam rentang tersebut.

b.1 kalibrasi pipet (Ucal)

Evaluasi ketidakpastian volume dilakukan menggunakan evaluasi tipe-B berupa sertifikat dengan nilai ketidakpastian sebesar 0,002mL

$$U_{cal} = \frac{U_{pipet}}{\sqrt{3}} \dots\dots\dots (2)$$

Dari hasil perhitungan menggunakan rumus berdasarkan pada persamaan 2 sehingga nilai ketidakpastiannya diperoleh sebesar 0,00115mL.

b.2 efek temperatur (Utemp)

$$U_{temp} = \frac{Y \times C \times T}{K} \dots\dots\dots (3)$$

Untuk efek temperatur sendiri dari pehitungan diperoleh nilai ketidakpastiannya sebesar 0,00364mL dengan nilai Y = 0,00021 C, C = 10 mL dan nilai T = 3 °C. Sehingga nilai ketidakpastian volume (U2) sebesar 0,003817mL yang diperoleh dari gabungan nilai ketidakpastian kalibrasi pipet dan efek temperature dengan menggunakan umus pada persamaan 4:

$$U_2 = \sqrt{(U_{cal})^2 + (U_{temp})^2} \dots\dots\dots (4)$$

c. Ketidakpastian repeatibilitas metode (U_3)

Ketidakpastian repeatabilitas metode ini menggunakan evaluasi ketidakpastian baku tipe-A dimana data diperoleh dengan analisis statistik untuk mencari nilai ketidakpastian dari repeatabilitas metode sesuai dengan persamaan 5.

$$U_3 = \frac{SD}{\sqrt{n}} \dots\dots\dots (5)$$

Dari hasil perhitungan diperoleh nilai ketidakpastian repeatabilitas sebesar 0,0063. Dengan nilai standar deviasi sebesar 0,0190.

d. Ketidakpastian gabungan

Evaluasi ketidakpastian baku gabungan diambil untuk mewakili taksiran standar deviasi dari hasil pengukuran yang diperoleh dengan menggabungkan ketidakpastian baku tipe-A dan ketidakpastian baku tipe-B atau menggabungkan ketidakpastian baku setiap taksiran dari model pengukuran.

$$U_{c1} = Fe \times \sqrt{\left(\frac{U_1}{\%Rec}\right)^2 + \left(\frac{U_2}{C}\right)^2} \dots\dots\dots (6)$$

$$U_c = \sqrt{(U_{c1})^2 + U_3^2} \dots\dots\dots (7)$$

Dari hasil perhitungan ketidakpastian gabungan dari semua sumber ketidakpastian yang diidentifikasi sesuai dengan *cause and effect diagram* dan dihitung sesuai dengan persamaan 6 dan 7 diperoleh nilai ketidakpastian sebesar 0,0090.

e. Ketidakpastian baku diperluas (U_{95})

Ketidakpastian baku diperluas diperlukan untuk memenuhi kemungkinan yang memadai, yang diperoleh dari perkalian antara evaluasi ketidakpastian baku gabungan dengan nilai tingkat kepercayaan. Nilai tingkat kepercayaan akan berubah sesuai dengan tingkat kepercayaan yang dipilih. Sedangkan untuk tingkat kepercayaan pada 95% nilai $k=2$. Nilai tingkat kepercayaan 95% menunjukkan bahwa terdapat 5 kali kemungkinan pada 100 kali pengukuran mempunyai nilai diluar rentang ketidakpastian bentangan yang dilaporkan. Perhitungan ketidakpastian baku diperluas menggunakan rumus:

$$U_{95} = U_c \times k \dots\dots\dots (8)$$

Dari hasil perhitungan nilai ketidakpastian baku diperluas diperoleh sebesar 0,02. Sehingga selanjutnya pelaporan hasil pengujian sampel dimasukkan nilai ketidakpastian $\pm 0,02$.

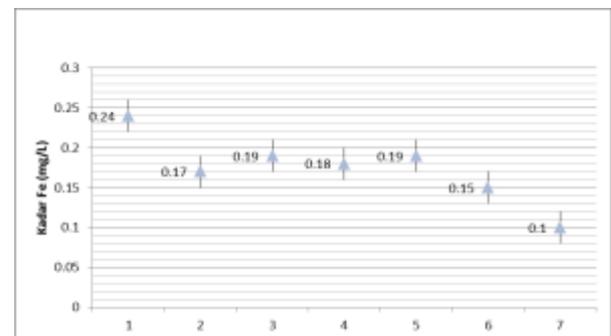
f. Pengujian sampel

Hasil analisa sampel digunakan untuk menunjukkan bahwa Spektrofotometer UV-Vis yang telah terkalibrasi dan telah dihitung nilai ketidakpastiannya dari pengukuran standar Fe, sehingga diharapkan hasil pengujian kadar Fe dalam sampel air dapat diyakini kebenarannya dengan nilai ketidakpastian yang telah dihitung sebelumnya. Hasil pengujian sampel air dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil pengujian sampel air

Parameter	Sampel	Hasil (mg/L)	Spec (mg/L)
Besi (Fe)	1	0,24	Max. 0,3
	2	0,17	
	3	0,19	
	4	0,18	
	5	0,19	
	6	0,14	
	7	0,10	

Dari hasil pengujian diperoleh dari semua sampel yang diuji masih masuk ke dalam baku mutu kualitas air minum yang dipersyaratkan oleh Menteri Kesehatan Tahun 2010 dengan kadar maksimum 0,3 mg/L.



Gambar 2. Grafik hasil pengujian sampel air

Nilai ketidakpastian yang diperoleh sebelumnya dimasukkan ke dalam hasil pengujian sampel air untuk dilaporkan seperti yang ditampilkan pada gambar 2. Dengan nilai ketidakpastian sebesar $\pm 0,02$ hasil dari pengujian tersebut masih bisa diterima karena masih masuk ke dalam baku mutu dengan rentang nilai 0,08 - 0,026 mg/L.

KESIMPULAN

Estimasi ketidakpastian pengukuran dalam suatu pengujian di laboratorium khususnya menggunakan instrumentasi dalam rangka menjamin kualitas dari hasil pengujian. Hasil

pengujian kualitasnya semakin baik dengan nilai ketidakpastian semakin kecil. Selain itu, ketidakpastian juga dapat digunakan untuk membandingkan kesamaan hasil yang diperoleh dari laboratorium atau sumber yang berbeda serta membandingkan suatu hasil dengan nilai acuan (reference value) yang diberikan oleh spesifikasi atau standar tertentu terhadap toleransi nilai karakteristik dari suatu produk serta digunakan untuk pengguna data hasil uji untuk mengevaluasi kehandalan data dan mengevaluasi kesesuaian dengan data hasil uji terhadap penggunaannya.

REFERENSI

- Hach Company. 2005. DR 5000 Procedure Manual 2nd Edition. USA
- Komite Akreditasi Nasional. 2003. DP.01.23. Pedoman Evaluasi dan Pelaporan Ketidakpastian. Jakarta. Badan Standar Nasional Indonesia
- Komite Akreditasi Nasional. 2004. DP.01.17: SR-03 Persyaratan Tambahan Untuk Akreditasi Laboratorium Pengujian Kimia dan Biologi. Jakarta. Badan Standar Nasional Indonesia.
- Ellison.S.L.R. et. al. 2000. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement 2nd Edition. UK. CITAC