

# VALIDASI METODE PENGUJIAN LOGAM TEMBAGA PADA PRODUK AIR MINUM DALAM KEMASAN SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM NYALA

(*Testing Methods Validation of Copper in Bottled Drinking Water Using Flame Atomic Absorption Spectrophotometry*)

**Eva Sa'adah dan Ari Surya Winata**

Baristand Industri Pontianak, Jl. Budi Utomo No. 41 Pontianak

E-mail : evasaadah@yahoo.com

**ABSTRACT.** *Testing Laboratories of Institute for Industrial Research and Standardization (IIRS) Pontianak has used modified SNI 01-3554-2006 clause 2.22.2.1 in the testing of copper in bottled drinking water. Modification of the methods required validation. Validation aims to evaluate the suitability of such methods by means of laboratory study as standard testing methods in Various Commodity Testing Laboratory of IIRS Pontianak. Validation parameter conducted namely accuracy, precision, recovery, linearity methods, method detection limit, quantization limit, sensitivity, and measurement uncertainty. Based on the results of the validation methods and statistical data processing it was concluded that copper testing method in bottled drinking water using Flame Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) was compliant and suitable for use as standard testing methods in Various Commodity Testing Laboratory of IIRS Pontianak, indicated with good value of accuracy and precision, recovery 102.61%, method linearity correlation coefficient 0.9997, LOD 0.001 mg / L, LOQ 0.002 mg / L, sensitivity 0.0002 and uncertainty 0.0134 mg / L.*

**Keywords:** *AAS, copper, bottled drinking water, validation methods*

## 1. PENDAHULUAN

Validasi adalah konfirmasi melalui pengujian dan pengadaan bukti objektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud khusus dipenuhi, dimana bukti objektif berupa data pendukung eksistensi sesuatu atau kebenaran sesuatu. Persyaratan adalah kebutuhan atau harapan yang dinyatakan secara umum diterapkan dan menjadi keharusan (SNI 19-17025-2005 klausul 5.4.5.1). Sehingga dapat disimpulkan Validasi metode adalah proses pembuktian bahwa metode tersebut sesuai untuk maksud atau tujuan tertentu (Anonimous<sup>1</sup>, 2005).

Laboratorium penguji wajib melakukan validasi metode uji bila menggunakan metode tidak baku, metode

yang didesain atau dikembangkan oleh laboratorium, metode baku yang digunakan di luar ruang lingkup yang dimaksudkan, metode baku yang dimodifikasi dan metode baku untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode itu sesuai untuk penggunaan yang dimaksudkan (Anonimous, 1998).

Parameter utama yang harus divalidasi dari suatu metode uji mencakup akurasi (ketepatan), presisi (*repeatability* dan *reproducibility*), perolehan kembali (*recovery*), linieritas, limit deteksi, limit kuantisasi, sensitifitas, selektifitas, *ruggedness/robustness*, dan ketidakpastian (*uncertainty*) (Chaerul Anwar, 2007).

Akurasi didefinisikan sebagai kesesuaian antara hasil analisis dengan

nilai benar analit atau nilai acuan analit yang dapat diterima. Akurasi dapat ditentukan melalui berbagai cara yaitu Pemakaian *Certified Reference Material* (CRM), Perbandingan dengan metode lain dan Standar Adisi. Untuk mendapatkan nilai akurasi dari suatu metode dapat menggunakan Uji t.

Presisi (*repeatability* dan *reproducibility*) menunjukkan kedekatan diantara hasil-hasil pengujian yang independent dibawah kondisi yang ditentukan. Nilai Presisi dapat ditentukan melalui *repeatability*, bila dilakukan pada laboratorium, analis dan peralatan yang sama; *intra reproducibility*, bila dilakukan pada laboratorium yang sama dengan analis yang berbeda; dan *inter reproducibility*, bila dilakukan pada laboratorium, analis dan peralatan yang berbeda.

Perolehan kembali (*recovery*) adalah nilai perolehan kembali dari yang tidak difortifikasi dan yang difortifikasi dengan analit pada range konsentrasi tertentu. Linieritas suatu metode adalah kemampuan memberikan hasil uji secara langsung atau setelah transformasi matematika, yang proporsional dengan konsentrasi komponen uji dalam rentang tertentu.

Limit deteksi adalah konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat terdeteksi tetapi tidak perlu terkuantifikasi, dibawah kondisi pengujian yang disepakati. Limit kuantisasi atau biasa disebut juga limit pelaporan (*Limit of Reporting*) adalah konsentrasi terendah dari analit yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima, dibawah kondisi pengujian yang disepakati.

Sensitifitas adalah metode yang sensitif yang memberikan respon untuk sejumlah (segolongan) komponen yang dapat atau tidak dapat dibedakan satu sama lain. Selektifitas adalah metode yang selektif atau spesifik yang memberikan respon terhadap satu komponen tunggal.

*Ruggedness/Robustness* adalah ukuran metode dalam mempertahankan unjuk kerja dimana pengaturan kondisi tidak sempurna yang dipersyaratkan oleh metode. Ketidakpastian (*uncertainty*)

adalah parameter yang menetapkan rentang nilai yang didalamnya diperkirakan nilai kuantitas yang diukur. Nilai ketidakpastian sudah memperhitungkan atau mempresentasikan semua ketidakpastian yang bersumber dari efek acak maupun efek sistematis.

Laboratorium pengujian Baristand Industri Pontianak menggunakan metode yang telah standar yaitu metode SNI 01-3554-2006 butir 2.22.2.1 di dalam melakukan pengujian logam Cu dalam Air Minum dalam kemasan. Alat yang digunakan adalah AAS flame dan bukan AAS tungku karbon seperti yang disebutkan dalam metode SNI sehingga laboratorium perlu melakukan validasi metode. Validasi metode pengujian kadar logam tembaga dalam produk Air Minum Dalam Kemasan ini bertujuan untuk mengevaluasi melalui studi laboratorium kesesuaian metode SNI 01-3554-2006 butir 2.22.2.1 yang telah dikembangkan sebagai metode pengujian standar di Laboratorium Pengujian Aneka Komoditi Baristand Industri Pontianak. Parameter validasi yang dilakukan meliputi akurasi, presisi, *recovery*, linieritas metoda, limit deteksi metoda, limit kuantisasi, sensitifitas dan ketidakpastian pengukuran.

## 2. METODE PENELITIAN

Bahan yang digunakan dalam pengujian ini adalah air suling bebas logam, air suling yang telah mengalami 2 kali penyulingan, Asam Nitrat HNO<sub>3</sub> p.a, Larutan Tembaga 1000 mg/l.

Alat yang digunakan adalah AAS AA 700 Perkin Elmer, Pipet mikro 0,5 ml, 1 ml dan 10 ml, saringan membrane 0,45 µm, labu ukur 50 ml, 100ml dan 1000ml, pipet ukur 10 ml dan 100 ml, Erlenmeyer, penangas listrik dan gelas piala 150 ml dan 500 ml (Anonimous, 2006).

Metode yang digunakan untuk melakukan validasi metode pengujian kadar logam Tembaga dalam produk Air Minum dalam kemasan sesuai SNI 01-

3554-2006 butir 2.22.2.1 menggunakan AAS nyala.

Akurasi ditentukan menggunakan analisis *Certified Reference Material (CRM)*. Dilakukan analisis berulang sebanyak minimal enam kali ulangan terhadap CRM yang memiliki konsentrasi analit dan matriks sama dengan contoh uji. Reratakan kadar hasil uji, lalu uji beda nyata (*t-student test*) dengan konsentrasi analit sebenarnya dalam CRM pada tingkat kepercayaan 95%. Metode uji terbukti akurat jika rerata hasil uji tidak memberikan perbedaan nyata dengan nilai analit sebenarnya.

Presisi metode ditentukan melalui teknik repetabilitas melalui cara suatu contoh homogen dan representatif dianalisis sebanyak minimal enam kali ulangan oleh analis yang sama pada waktu yang berdekatan, menggunakan peralatan dan pereaksi dari *batch* yang sama. Dari hasil analisis berulang tersebut dihitung nilai Koefisien Variasi (CV) lalu dibandingkan dengan nilai  $2/3 \times CV_{\text{Horwitz}}$ . Metode memiliki *repeatability* yang baik jika diperoleh nilai  $CV \leq 2/3 \times CV_{\text{Horwitz}}$ .

*Recovery* ditentukan melalui cara suatu contoh homogen dan stabil yang memiliki kandungan matriks mewakili dengan volume yang cukup. Analisis dilakukan berulang sebanyak minimal enam kali ulangan terhadap contoh tersebut guna menetapkan konsentrasi uji *baseline*, kemudian ditambahkan analit dengan konsentrasi 0,40 mg/L ke dalam contoh tersebut dan dilakukan analisis berulang minimal enam kali. Hasil pengukuran kemudian dibandingkan terhadap konsentrasi analit teoritis yang ditambahkan ke dalam contoh tersebut. Metode akurat jika didapat % *recovery* sesuai syarat keberterimaan.

Linieritas metode ditentukan melalui cara suatu contoh homogen dan stabil yang memiliki kandungan matriks mewakili dengan volume yang cukup. Analisis dilakukan berulang terhadap contoh tersebut guna menetapkan konsentrasi uji *baseline*, dibuat preparat deret kalibrasi dengan menambahkan secara kuantitatif analit standar yang diketahui konsentrasinya secara pasti ke dalam

contoh yang telah dipilih tadi. Analit standar yang ditambahkan meliputi konsentrasi 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 0,60; 0,75 dan 0,80 mg/L Cu. Dilakukan analisis pada masing-masing preparat menggunakan metode yang akan divalidasi dengan jumlah pengulangan sebanyak dua kali. Dihitung korelasi antara respon analitik rata-rata yang didapat dengan konsentrasi teoretis analit dalam preparat. Metode dikatakan linier pada rentang konsentrasi tertentu jika didapat nilai koefisien korelasi ( $r$ )  $\geq$  nilai tabel Pearson.

Limit Deteksi Metode (LOD) ditentukan dengan metode evaluasi visual atau dikenal pula dengan teknik *Trial & Error*. LOD dievaluasi dengan menambahkan ke dalam contoh analit standar pada berbagai level konsentrasi rendah (0,0005, 0,001 dan 0,002 mg/L) yang diduga sebagai nilai LOD. Dilakukan analisis berulang terhadap masing-masing preparat tersebut. Konsentrasi analit terendah dalam contoh yang dapat terdeteksi oleh mekanisme pengukuran analitik metode tersebut ditetapkan sebagai LOD.

Limit Kuantisasi Metode (LOQ) dievaluasi menggunakan teknik pendekatan yang sama dengan LOD, hanya saja dalam LOQ nilai yang didapat harus dibuktikan tingkat presisi dan akurasinya sebanyak minimal 7 kali pengulangan. Nilai yang didapat ditetapkan sebagai LOQ jika  $CV \leq 2/3 CV_{\text{Horwitz}}$  dan uji beda nyata menyatakan hasil tidak berbeda nyata.

Sensitifitas ditentukan melalui cara membuat larutan standar Cu dengan konsentrasi 0,1, 0,5, 1, 2, 3 dan 4 mg/L. Dilakukan analisis pada masing-masing preparat menggunakan metode yang akan divalidasi dengan jumlah pengulangan sebanyak empat kali. Dihitung sensitifitas kemudian dibandingkan terhadap sensitifitas alat. Metode dinyatakan akurat jika didapat nilai sensitifitas kurang dari atau sama dengan 1,25 kali sensitifitas alat.

Ketidaktepastian pengukuran. Proses Estimasi Ketidaktepastian meliputi 4 tahap, yaitu (1) Penentuan spesifikasi kuantitas yang diukur dengan formula/persamaan;

(2) Identifikasi sumber-sumber kesalahan;  
 (3) Mengkuanti-sasikan masing-masing komponen ketidak-pastian kemudian dinyatakan sebagai ketidakpastian baku ( $\mu$ ) lalu digabungkan semua komponen ketidakpastian baku menjadi ketidakpastian baku gabungan ( $\mu_c$ ); dan  
 (4). Menghitung ketidakpastian yang diperluas ( $U$ ). Ketidakpastian yang diperluas inilah yang dinyatakan dalam pelaporan hasil uji (Sumardi, 2006).

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### Akurasi

Perhitungan akurasi disajikan pada Tabel 1. Pengujian logam tembaga pada air minum dalam kemasan dengan metode spektrofotometri serapan atom nyala menggunakan alat AAS AA 700 Perkin Elmer akurat karena memenuhi persyaratan uji beda nyata dimana t hitung pengujian yang diperoleh lebih kecil daripada t tabel (Kantastubrata, 2008).

Tabel 1. Perhitungan akurasi

Data ke	Logam Cu (mg/L)
1	0,0240
2	0,0238
3	0,0265
4	0,0230
5	0,0251
6	0,0249
7	0,0258
8	0,0261
9	0,0242
10	0,0246
n	10
Jumlah	0,248
x rata-rata	0,0248
SD	0,00110353
t hitung	<b>0,573</b>
t tabel (n-1)	<b>2,262</b>

#### Presisi

Hasil perhitungan presisi disajikan pada Tabel 2. Pengujian logam Tembaga pada air minum dalam kemasan dengan metode spektrofotometri serapan atom nyala menggunakan alat AAS AA 700 Perkin Elmer memiliki presisi yang baik karena memenuhi persyaratan yang ditentukan dimana CV hitung <2/3 CV Horwitz.

Tabel 2. Perhitungan Presisi

Data ke	Logam Cu (mg/L)	$x - \bar{x}_{rata-rata}$	$(x - \bar{x}_{rata-rata})^2$
Sampel Ulangan 1	0,8213	-0,005	0,00002
Sampel Ulangan 2	0,8236	-0,003	0,00001
Sampel Ulangan 3	0,8258	0,000	0,00000
Sampel Ulangan 4	0,8289	0,003	0,00001
Sampel Ulangan 5	0,8292	0,003	0,00001
Sampel Ulangan 6	0,8242	-0,002	0,00000
Sampel Ulangan 7	0,8282	0,002	0,00000
Sampel Ulangan 8	0,8253	-0,001	0,00000
Sampel Ulangan 9	0,8288	0,003	0,00001
n	9		
Jumlah	7,440		0,00006
X rata-rata	0,826		
Variansi ( $s^2$ )		7,84528E-06	
Simpangan Baku (s)		0,002800942	
Koef. Variasi (CV) %		<b>0,339</b>	
2/3 CV Horwitz		<b>10,978</b>	

#### Recovery

Hasil perhitungan *recovery* disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Perhitungan *Recovery*

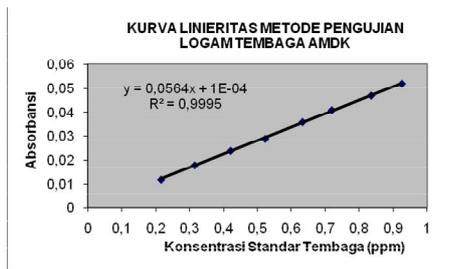
Data ke	Logam Cu (mg/L)	Recovery
C sampel	0,4157	-
C sampel + std 0,4 ppm 1	0,8213	101,40
C sampel + std 0,4 ppm 2	0,8236	101,98
C sampel + std 0,4 ppm 3	0,8258	102,53
C sampel + std 0,4 ppm 4	0,8289	103,30
C sampel + std 0,4 ppm 5	0,8292	103,38
C sampel + std 0,4 ppm 6	0,8242	102,13
C sampel + std 0,4 ppm 7	0,8282	103,13
C sampel + std 0,4 ppm 8	0,8253	102,40
C sampel + std 0,4 ppm 9	0,8288	103,28
n	9	9
Jumlah	7,44	923,50
% <i>Recovery</i> Rata-rata		102,61

Pengujian logam Tembaga pada air minum dalam kemasan dengan metode spektrofotometri serapan atom nyala menggunakan alat AAS AA 700 Perkin Elmer memiliki nilai *recovery* yang baik karena memenuhi persyaratan yang ditentukan dimana *recovery* yang diperoleh adalah 102,61%. Berdasarkan *Standar Method 21<sup>st</sup> ed, AWWA 2005, 3111A.7 page 3-17*, persyaratan *recovery* untuk logam adalah 85-115%, (Anonymous<sup>2</sup>, 2005).

#### Linieritas Metoda

Pengujian logam tembaga pada air minum dalam kemasan dengan metode

spektrofotometri serapan atom nyala menggunakan alat AAS AA 700 Perkin Elmer memiliki linieritas yang baik pada rentang sampai dengan 0,9 mg/L karena memenuhi persyaratan yang ditentukan dimana koefisien korelasi yang diperoleh adalah 0,9997. Persyaratan berdasarkan tabel pearson pada tingkat kepercayaan 99% dan derajat bebas 6 hanya mensyaratkan 0,834. Kurva linieritas metoda dan hasil perhitungan linieritas metoda disajikan pada Gambar 1 dan Tabel 4.



Gambar 1. Kurva linieritas metoda logam Tembaga pada AMDK

Tabel 4. Perhitungan Linieritas Metode

Data	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
	X	Y
C sampel	0,1129	0,006
C sampel + Std 1 (0,10)	0,2156	0,012
C sampel + Std 2 (0,20)	0,3144	0,018
C sampel + Std 3 (0,30)	0,4202	0,024
C sampel + Std 4 (0,40)	0,5219	0,029
C sampel + Std 5 (0,50)	0,6321	0,036
C sampel + Std 6 (0,60)	0,7185	0,041
C sampel + Std 7 (0,75)	0,8344	0,047
C sampel + Std 8 (0,80)	0,9249	0,052
n	8	
Koefisien korelasi ( r )	0,9997	
Slope ( b )	0,0563	
Intercept ( a )	9,7128E-05	

**Limit Deteksi Metoda**

Hasil perhitungan limit deteksi metoda dapat dilihat pada Tabel 5. Pengujian logam tembaga pada air minum dalam kemasan dengan metode spektrofotometri serapan atom nyala menggunakan alat AAS AA 700 Perkin Elmer memiliki limit deteksi sebesar 0,001 mg/L. Pada konsentrasi tersebut, alat

masih dapat mengukur walaupun belum mempunyai nilai presisi yang baik, hal ini ditunjukkan dari nilai CV hitung yang mempunyai nilai lebih besar daripada nilai CV<sub>Horwitz</sub>.

Tabel 5. Perhitungan limit deteksi metoda

Data	Logam Cu (mg/L)	Abs	x - X <sub>rata-rata</sub>	(X - X <sub>rata-rata</sub> ) <sup>2</sup>
Nilai teoritis	0,0010			
1	0,00085	0,000	-0,00030	0,00000088804
2	0,00092	0,000	-0,00023	0,00000051984
3	0,00175	0,000	0,00060	0,000000362404
4	0,00091	0,000	-0,00024	0,00000056644
5	0,00158	0,000	0,00043	0,00000186624
6	0,00048	0,000	-0,00067	0,00000446224
7	0,00190	0,000	0,00075	0,00000565504
8	0,00062	0,000	-0,00053	0,00000278784
9	0,00170	0,000	0,00055	0,00000304704
10	0,00077	0,000	-0,00038	0,00000142884
N	10			
Jumlah	0,0115			0,000002485
Std Deviasi	0,0005			
X rata-rata	0,0011			
Variansi ( s <sup>2</sup> )	2,76062E-07			
Simp.Baku ( s )	0,0005			
Koefi Variasi (CV)	45,7680			
2/3 CV	29,5496			
Horwitz (%)				

**Limit Kuantisasi Metoda**

Perhitungan limit kuantisasi disajikan pada Tabel 6.

Tabel 6. Perhitungan Limit Kuantisasi

Data	Logam Cu (mg/L)	Abs	x - X <sub>rata-rata</sub>	(X - X <sub>rata-rata</sub> ) <sup>2</sup>
Nilai teoritis	0,0020			
1	0,00183	0,000	-0,00015	0,000000021025
2	0,00166	0,000	-0,00032	0,00000099225
3	0,00175	0,000	-0,00023	0,00000050625
4	0,00195	0,000	-0,00003	0,00000000625
5	0,00218	0,000	0,00021	0,00000042025
6	0,00202	0,000	0,00004	0,000000002025
7	0,00240	0,000	0,00043	0,00000180625
8	0,00197	0,000	-0,00001	0,000000000025
9	0,00189	0,000	-0,00009	0,00000007225
10	0,00210	0,000	0,00013	0,000000015625
n	10			
Jumlah	0,0198			0,000000419
Standar Deviasi	0,0002			
X rata-rata	0,0020			
Variansi ( s <sup>2</sup> )	4,65611E-08			
Simpangan Baku ( s )	0,0002			
Koef Variasi ( CV ) %	10,9256			
2/3 CV Horwitz (%)	27,2324			
t hitung	0,3664			
t tabel	2,2622			

Pengujian logam tembaga pada air minum dalam kemasan dengan metode spektrofotometri serapan atom menggunakan alat AAS AA 700 Perkin Elmer memiliki limit kuantisasi sebesar 0,002 mg/L. Pada konsentrasi tersebut, alat sudah dapat mengukur dengan presisi dan akurasi yang baik ditunjukkan dari nilai CV hitung yang mempunyai nilai lebih kecil dari nilai CV<sub>Horwitz</sub> dan t hitung lebih kecil daripada t tabel.

**Sensitifitas Metoda**

Pengujian logam tembaga pada air minum dalam kemasan dengan metode spektrofotometri serapan atom nyala menggunakan alat AAS AA 700 Perkin Elmer memiliki nilai sensitifitas yang baik karena memenuhi persyaratan yang ditentukan dimana sensitifitas yang diperoleh adalah 0,0002. Sedangkan Persyaratan untuk nilai sensitifitas adalah sensitifitas yang diperoleh harus lebih kecil atau sama dengan 1,25 kali sensitifitas alat yang tercantum dalam buku manual alat. Pada buku manual (*Analytical Methods for Atomic Absorption Spektrometry, Perkin Elmer Instruments LLC, page 36*) disebutkan sensitifitas adalah 0,2A. Hasil perhitungan sensitifitas dapat dilihat pada Tabel 7.

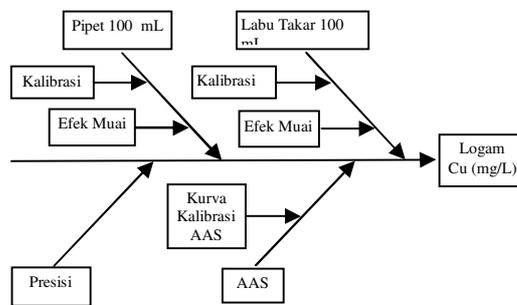
Tabel 7. Perhitungan Sensitifitas

No	Kons (mg/L)	Absorbansi				Rata-rata	Sensitifitas
		1	2	3	4		
1	0,10	0,0050	0,0050	0,0030	0,0040	0,0043	0,000187
2	0,20	0,0100	0,0100	0,0100	0,0100	0,0100	0,000220
3	0,40	0,0200	0,0210	0,0210	0,0210	0,0208	0,000228
4	0,80	0,0420	0,0410	0,0290	0,0370	0,0373	0,000205
5	1,00	0,0520	0,0520	0,0520	0,0520	0,0520	0,000229
6	2,00	0,1060	0,1070	0,1060	0,1060	0,1063	0,000234
7	3,00	0,1550	0,1540	0,1530	0,1540	0,1540	0,000226
8	4,00	0,2040	0,2040	0,2060	0,2050	0,2048	0,000225
Rata-rata Sensitifitas Pengujian logam Cu pada AMDK							0,0002
1,25 kali Sensitifitas Alat berdasarkan buku manual alat AAS AA 700 Perkin Elmer							0,025

**Ketidakpastian Pengukuran**

Pengujian logam tembaga pada air minum dalam kemasan dengan metode spektrofotometri serapan atom nyala menggunakan alat AAS AA 700 Perkin Elmer memiliki nilai ketidakpastian pengukuran sebesar 0,0134 mg/L pada

tingkat kepercayaan 95%. Penyebab adanya ketidakpastian pengukuran pada pengujian logam Tembaga pada air minum dalam kemasan ada 4 yaitu (1) penggunaan pipet volumetrik volume 100 mL dalam memipet contoh air, (2) labu takar volume 100 mL dalam proses pengenceran contoh, (3) kurva kalibrasi larutan standar dalam pengukuran menggunakan AAS dan (4) proses pengulangan perlakuan, baik pada proses preparasi maupun proses pengukuran. Diagram tulang ikan (*fish bone*) disajikan pada Gambar 2 dan data ketidakpastian pengujian disajikan pada Tabel 8.



Gambar 2. Diagram *Fish Bone* Ketidakpastian Pengukuran Pengujian Logam Tembaga pada Air Minum Dalam Kemasan

Tabel 8. Data Ketidakpastian Pengujian

Sumber Ketidakpastian	Nilai	μ Baku	μ gab
Pipet Volumetric 100 mL	100 mL	0,0734	0,000734
Labu Takar 100 mL	100 mL	0,0626	0,000626
Kurva Kalibrasi AAS	0,8261 mg/L	0,0060	0,007290
Presisi Metode	1	0,0034	0,003390
Ketidakpastian Pengujian Cu dgn AAS diperluas		=	0,00669 x 2 = 0,0134 mg/L

Pengujian laboratorium terhadap 8 (delapan) parameter unjuk kerja validasi metoda dapat disimpulkan dalam bentuk tabel yang disajikan pada Tabel 9.

Tabel 9. Hasil Unjuk Kerja Parameter Validasi Metoda

No.	Parameter	Hasil	Satuan	Persyaratan
1.	Akurasi (uji t)	Tidak Bada Nyata	-	Uji Bada Nyata: Tidak Bada Nyata.
2.	Presisi (Repitabilitas, Nilai CV)	0,339	%	CV $\leq$ 2/3 CV Horwitz 0,339 % $\leq$ 10,978
3.	Recovery	102,61	%	85-115 %
4.	Linieritas Metoda	r = 0,9997		r $\geq$ nilai tabel pearson 0,9997 $\geq$ 0,834
5.	Limit Deteksi Metoda	0,001	mg/L	-
6.	Limit Kuantisasi	0,002	mg/L	Uji Presisi : CV $\leq$ 2/3 CV Horwitz Uji Bada Nyata : Tidak Bada Nyata.
7.	Sensitifitas	0,0002	-	Sensitifitas $\leq$ 1,25 Sensitifitas alat 0,0002 $\leq$ 0,025
8.	Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	0,0134	mg/L	-

#### 4. KESIMPULAN

Metode pengujian logam Tembaga pada produk Air Minum dalam kemasan secara spektrofotometri serapan atom nyala berdasarkan SNI-01-3554-2006 butir 2.22.2.1 yang telah dikembangkan, telah memenuhi persyaratan dan sesuai untuk digunakan sebagai metode pengujian standar di Laboratorium Penguji Aneka Komoditi Baristand Industri Pontianak.

#### DAFTAR PUSTAKA

- Agus Nurhadi, 2007, *ISO 17025 : 2005 dan validasi metode uji*, makalah yang disampaikan dalam Pelatihan Teknik Validasi / Verifikasi Metode Uji 11 s/d 12 Juli 2007, Jakarta.
- Anonimous, 2006, *Cara Uji Air Minum Dalam Kemasan : SNI 01-3554-2006 butir 2.22.2.1*, BSN, Jakarta, ICS 67160.20: 34-35.

Anonimous<sup>1</sup>, 2005, *Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi : SNI 19 - 17025 - 2005 klausul 5.4.5.*, BSN, Jakarta, edisi kedua: 16-17.

Anonimous<sup>2</sup>, 2005. *Standard Methods for the Examination of Water & Wastewater 21<sup>st</sup> ed*, AWWA 2005, 3111A.7 page 3-17.

Anonimous, 2000, *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry*, Perkin Elmer Inc, Singapore, 0303-0152E page 36.

Anonimous, 1998. *The Fitness for Purpose of Analytical Method*, A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topic 1<sup>st</sup>, Eurachem Working Group, United Kingdom, page 1-40.

Chaerul Anwar, 2007, *Teknik & Evaluasi Validasi Metode serta Pemilihan Parameter Validasi Metode*, makalah yang disampaikan dalam Pelatihan Validasi Metode Analisis Kuantitatif 14 s/d 15 April 2009, Bogor.

Julia Kantasubrata, 2008, *Aplikasi Parameter Statistika untuk Pengolahan Data Validasi Metode*, makalah yang disampaikan dalam Pelatihan Pengolahan Data Hasil Validasi Metoda Analisis Kimia 24 s/d 28 Maret 2008, Bandung.

Sumardi, 2006, *Estimasi ketidakpastian pengukuran dalam pengujian logam dalam air - metode AAS*, makalah yang disampaikan dalam Pelatihan Teknik Estimasi Ketidakpastian Pengukuran/ Pengujian Dalam Analisis Kimia Menunjang Penerapan SNI 19-17025-20001 s/d 5 Mei 2006, Bandung.