

# METODA ION KROMATOGRAFI UNTUK ANALISIS AMMONIUM DAN NITRAT PADA UJI PROFISIENSI AIR LIMBAH

Oleh  
Evita Boes<sup>\*)</sup> dan Nuryatini<sup>\*\*)</sup>

## Abstrak

Telah dilakukan analisis ammonium dan nitrat pada contoh uji profisiensi air limbah menggunakan metode ion kromatografi dengan kondisi pengukuran untuk ammonium menggunakan kolom Dionex Ion Pac CS, sebagai eluen larutan methyl sulfonic acid 18 mM, detektor Conductivity DX 5000 pada temperatur 40<sup>o</sup>C sedangkan kondisi untuk pengukuran nitrat menggunakan kolom Dionex Ion Pac AS, sebagai eluen campuran larutan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 2,7 mM dan Na<sub>2</sub>HCO<sub>3</sub> 0,3 mM, detektor Conductivity DX 5000 pada temperatur 40<sup>o</sup>C.

Untuk mengetahui unjuk kerja metode ini dilakukan penentuan presisi metode dengan cara mengukur contoh air limbah sebanyak 6 kali pengulangan dan hasil yang diperoleh memberikan nilai standar deviasi relatif RSD 2,66% untuk ammonium dan 1,2% untuk nitrat. Akurasi metode ini memberikan nilai perolehan kembali 102,45% untuk ammonium dan 98,19% untuk nitrat. Metode ini memberikan hasil yang linier pada rentang kandungan ammonium antara 0,5-2,5 mg/L untuk ammonium dan 5-25 mg/L untuk nitrat dengan koefisien korelasi masing-masing 0,9953 dan 0,9995. Hasil analisis contoh air limbah ini memberikan nilai 1,89±0,19 mg/L untuk ammonium dan 29,75±1,19 mg/L untuk nitrat pada tingkat kepercayaan 95% dengan nilai k=2

**Kata kunci:** limbah, profisiensi, metode ion

## I. PENDAHULUAN

Uji profisiensi adalah penentuan unjuk kerja (kinerja) individual laboratorium pengujian dan untuk memantau kinerja laboratorium secara berkelanjutan. Dalam uji profisiensi, bahan uji dikirim kepada laboratorium yang telah bersedia untuk mengikuti uji profisiensi dan bersedia untuk mengirim kembali hasil analisis. Bahan uji yang akan digunakan untuk uji profisiensi harus homogen untuk setiap analit sehingga semua peserta akan menerima bahan uji dengan konsentrasi analit yang tidak berbeda secara signifikan.

Pada laboratorium yang menyiapkan contoh untuk uji profisiensi maupun dalam penetapan nilai direkomendasikan bahwa dalam menetapkan nilai suatu analit yang terdapat dalam bahan uji hendaknya menggunakan lebih dari satu metode analisis yang berbeda dan mencakup minimal satu metode acuan yang diakui secara internasional atau metode definitif yang tertelusur ke satuan ukuran internasional

Ion ammonium dan nitrat adalah senyawa-senyawa yang banyak mengandung nitrogen yang dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri. Pada penentuan

---

<sup>\*)</sup> Pusat Penelitian Kmia – LIPI, Bandung

<sup>\*\*)</sup> Pusat Penelitian Kmia – LIPI, Banten

ammonium, metode Nessler, phenat/indophenol dan bispyrazolone merupakan metoda yang dominan digunakan di laboratorium, sedangkan penentuan nitrat menggunakan metode brucine, reduksi dengan kadmium dan UV screening dan metoda lainnya. Metode ion kromatografi akhir-akhir ini telah digunakan untuk penentuan kation ataupun anion karena merupakan metode yang lebih cepat, bisa menganalisis secara simultan dan mengeliminasi penggunaan reagen-reagen yang berbahaya.

Ion kromatografi adalah aplikasi teknik kromatografi cairan kinerja tinggi (KCKT) dalam kromatografi penukar ion dengan menggunakan komponen resin penukar ion dan detector konduktometer. Resin terdiri dari resin penukar kation dan resin penukar anion. Resin penukar kation biasanya dalam bentuk asam kuat yang dapat bereaksi dengan kation berbasa kuat seperti Na, K, Ca, Mg dan juga kation berbasa lemah misalnya  $\text{NH}_4^+$ , sedangkan resin penukar kation dalam bentuk asam lemah dapat bereaksi dengan kation berbasa kuat, tetapi kurang baik untuk kation berbasa lemah. Resin penukar anion biasanya dalam bentuk basa kuat mampu bereaksi dengan anion asam kuat seperti  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{-2}$ ,  $\text{NO}_3^-$  dan anion asam lemah misalnya  $\text{CO}_3^{-2}$ , sedangkan resin penukar anion yang bersifat basa lemah hanya baik bereaksi dengan anion asam kuat.

Untuk mengetahui unjuk kerja analisis nitrat dan ammonium menggunakan metode ion kromatografi ini ditentukann presisi, akurasi, liniaritas dan perhitungan nilai ketidakpastian pengukuran

## **II. BAHAN DAN METODA**

### **2.1 Bahan yang digunakan**

Ammonium klorida, asam methyl sulfonat, kalium nitrat, natrium karbonat dan natrium hidrogen karbonat

### **2.2 Alat yang digunakan**

Ion Kromatografi Dionex yang terdiri dari: kolom Dionex Ion Pac AS 12 A (4 x 250 mm), kolom Dionex Ion Pac CS 12 A (4 x 250 mm), fiber suppressor atau membran suppressor dan detektor Conductivities Dx 5000

### **2.3 Metode Pengujian**

#### **a) Ammonium**

Kurva kalibrasi standar ammonium

Ditimbang 0,2968 gram  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (kemurnian 99,5%), kemudian dilarutkan dengan aquades dan dimasukkan kedalam labu takar 100 ml, larutan diencerkan hingga tanda batas (larutan 1). Dari larutan 1 dipipet 1 mL kemudian dimasukkan kedalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas (larutan 2). Dari larutan 2, dipipet masing-masing 2,5 ml; 5 ml; 7,5 ml; 10 ml dan 12,5 ml, kemudian dimasukan kedalam labu takar 50 ml, dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Masing-masing larutan standar, diinjeksikan 20  $\mu\text{L}$  ke dalam alat ion kromatografi merk Dionex dengan kondisi pengukuran sebagai berikut: kolom Dionex Ion Pac CS 12 A (4x250 mm); eluen larutan MSA (Methyl Sulfonic Acid) 18 mM, detector: Conductivity DX 5000, temperatur detector 40<sup>o</sup>C, kecepatan alir eluen: 1 mL/menit) kemudian catat luas puncak  $\text{NH}_4$  dari kromatogram yang diperoleh (L1).

Analisis ammonium dari contoh uji profisiensi air limbah

Contoh dipipet 5 ml, kemudian dimasukkan kedalam labu takar 50 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Saring larutan menggunakan filter millipore HATF 0,45  $\mu\text{m}$  dan larutan yang sudah disaring tersebut diambil 20  $\mu\text{L}$  kemudian diinjeksikan ke dalam alat kromatografi ion dengan kondisi pengukuran seperti no 1 diatas.dan catat Luas puncak  $\text{NH}_4$  dari kromatogram yang diperoleh.

Penentuan presisi metode analisis ammonium

Dalam penentuan presisi dilakukan dengan menganalisis contoh uji profisiensi air sebanyak 6 kali, kemudian ditentukan deviasi standarnya (SD). Pada percobaan ini dilakukan pengamatan terhadap hasil analisis contoh uji profisiensi

Penentuan akurasi/ketepatan metode

Contoh yang dianalisis adalah contoh uji yang merupakan bahan uji profisiensi. Kedalam contoh air limbah telah ditambahkan ammonium 1,8 mg/L.

## **b) Nitrat**

Kurva kalibrasi standar nitrat

Larutan standar Nitrat ( $\pm 100$  mg/L):

Ditimbang 0,1650 gram  $\text{KNO}_3$  (kemurnian 99,5%), kemudian dilarutkan dengan aquades, dan dimasukkan kedalam labu takar 100 ml, larutan diencerkan hingga tanda batas (larutan1). Dari larutan 1 diatas dipipet 10 mL kemudian dimasukkan kedalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas (larutan 2).

Dari larutan standar Nitrat (100 mg/L) dipipet masing-masing 2,5 ml; 5 ml; 7,5 ml, 10 ml dan 12,5 ml, kemudian dimasukan ke dalam labu takar 50 ml dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Masing-masing larutan standar diinjeksikan 20  $\mu\text{l}$  ke dalam alat ion kromatografi merk Dionex dengan kondisi

pengukuran sebagai berikut: kolom: Dionex Ion Pac AS 12 A (4x250 mm); eluen: larutan campuran 2,7 mM  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  dengan 0,3 mM  $\text{Na}_2\text{HCO}_3$ , detector: Conductivity DX 5000, temperatur detector  $40^\circ\text{C}$ , kecepatan alir eluen: 1,5 mL/menit. Kemudian catat luas puncak Nitrat dari kromatogram yang diperoleh (L1).

Analisis nitrat dari contoh uji profisiensi

Contoh dipipet 5 ml, kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas. Larutan tersebut disaring dan diambil 20 uL, kemudian diinjeksikan ke dalam alat kromatografi ion dengan kondisi pengukuran seperti diatas dan catat luas puncak nitrat dari kromatogram yang diperoleh (LC).

Penentuan presisi metode analisis nitrat

Dalam penentuan presisi dilakukan dengan menganalisis contoh uji profisiensi air dengan sebanyak 6 kali, kemudian ditentukan deviasi standarnya (SD). Pada percobaan ini dilakukan pengamatan terhadap hasil analisis contoh uji profisiensi

Penentuan akurasi/ketepatan metode

Contoh yang dianalisis adalah contoh uji profisiensi air limbah yang merupakan bahan uji profisiensi. Kedalam contoh air limbah telah ditambahkan nitrat 30 mg/L.

### c) **Perhitungan nilai ketidakpastian pengukuran**

Untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran pertama dilakukan dengan cara menyusun model sistem pengujian ammonium dan nitrat menggunakan ion kromatografi yang diikuti dengan cara membuat daftar dari semua faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir. Pada percobaan ini akan dihitung ketidakpastian pengukuran yang mengacu kepada ISO GUM, 1993 dan Eurachem Guide 2000.

## **III. HASIL DAN DISKUSI**

### **3.1 Kurva Kalibrasi Standar Ammonium dan Nitrat**

Linieritas dinyatakan sebagai rentang konsentrasi dari suatu metode yang akan memberikan nilai yang benar apabila dilakukan pada rentang konsentrasi tersebut. Untuk menentukan linieritas ini dilakukan dengan cara mengukur area yang dihasilkan pada

berbagai konsentrasi dan menentukan koefisien regresi (R) dari persamaan garis regresi yang dibuat dari kurva hubungan antara jumlah ammonium dan nitrat dan area yang dihasilkan.

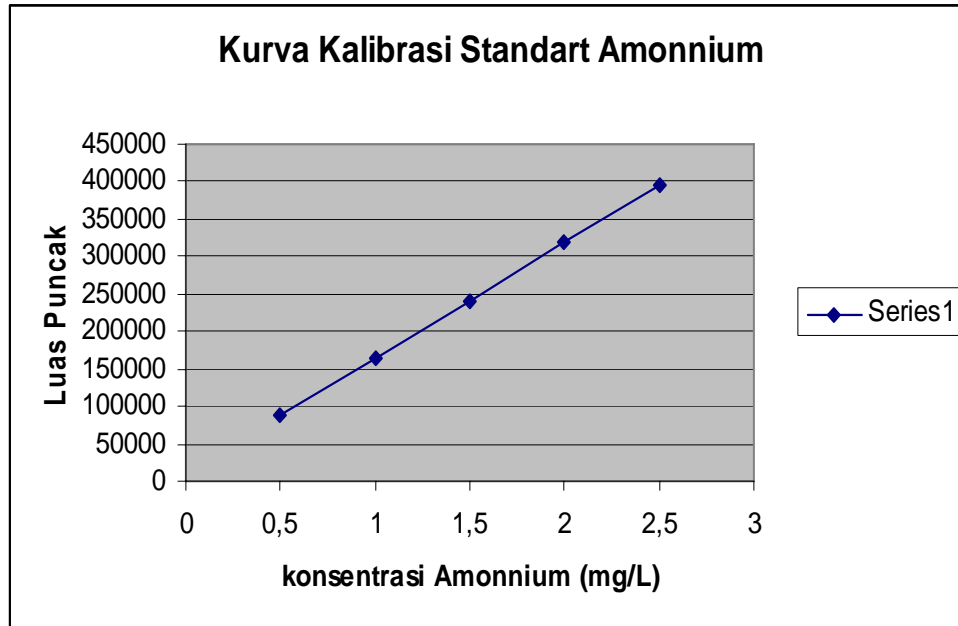
Kurva yang dihasilkan merupakan garis lurus dengan koefisien korelasi 0,9953 untuk ammonium dan 0,9992 untuk nitrat, yang menyatakan bahwa hubungan antara jumlah ammonium dan nitrat dan area adalah linier. Hasil percobaan penentuan linieritas ini dapat dilihat pada Gambar 1 dan 2 dan Tabel 1 dan 2 dibawah ini.

**Tabel 1 Hasil Uji Linieritas Standar Ammonium**

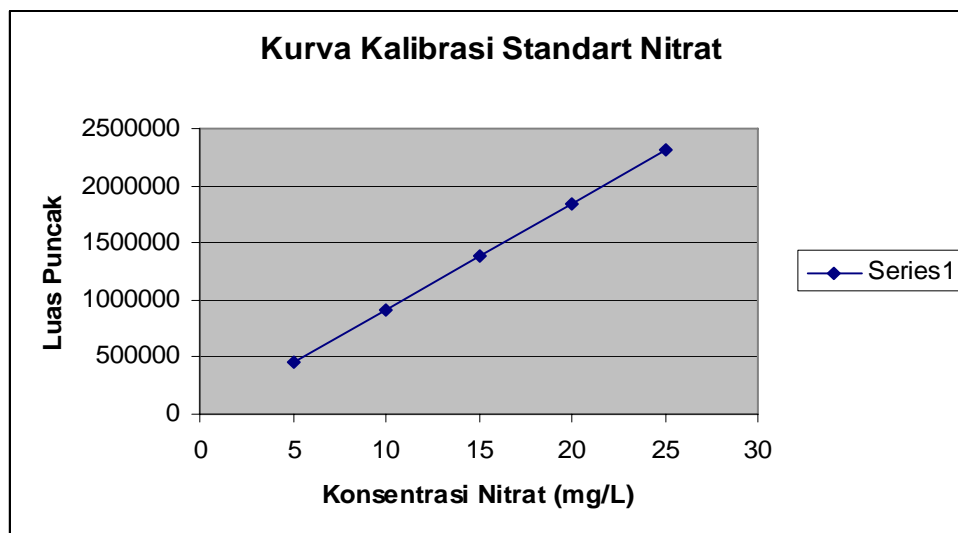
<b>Standar ammonium (ppm)</b>	<b>Luas puncak</b>
0,5	80589
1	164044
1,5	256999
2	325994
2,5	380855
Intersep	12951,6
Slope	152496,4
R	0,9953

**Tabel 2 Hasil Uji Linieritas Standar Nitrat**

<b>Standar nitrat (ppm)</b>	<b>Luas puncak</b>
5	443773
10	894355
15	1417000
20	1833789
25	2298765
Intersep	-17289
Slope	92988,36
R	0,9995



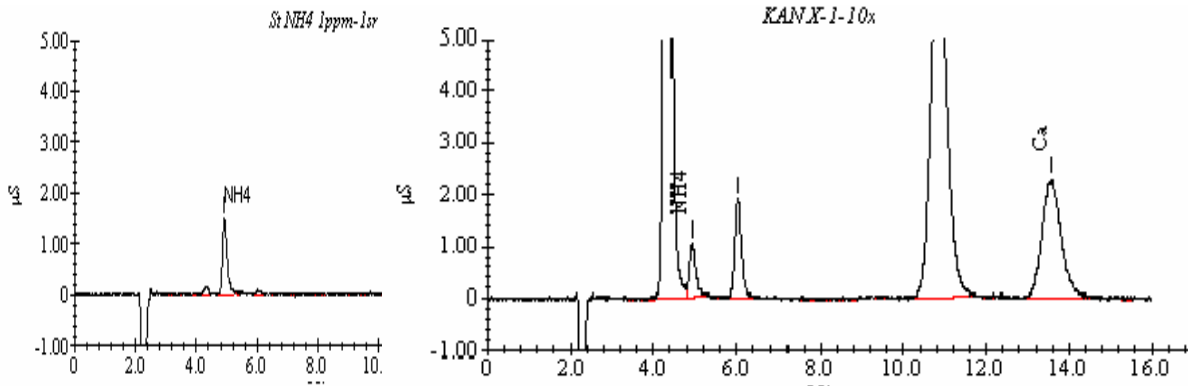
**Gambar 1 Kurva Kalibrasi Standar Ammonium**



**Gambar 2 Kurva Kalibrasi Standar Nitrat**

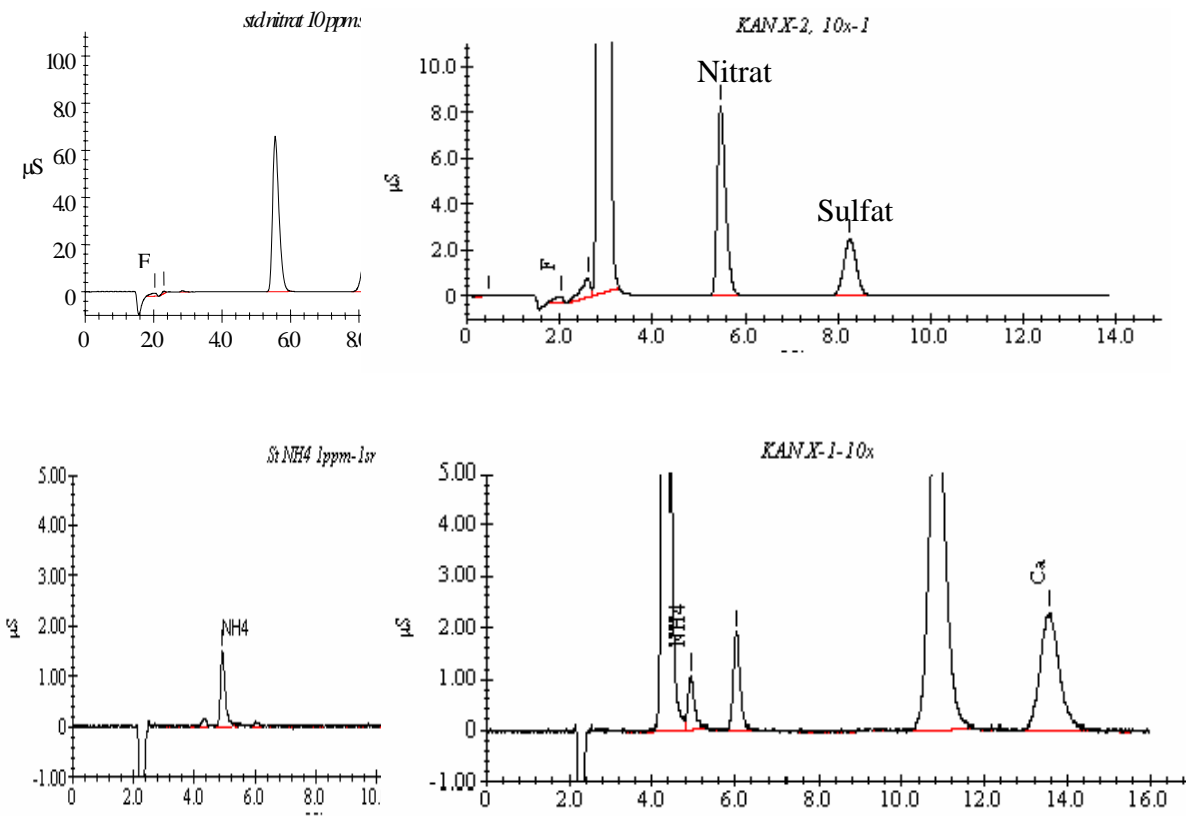
### 3.2 Analisis Ammonium dan Nitrat dari Contoh Uji Profisiensi

Standar ammonium 1 mg/L dan standar nitrat 10 mg/L diinjeksikan dan larutan contoh diencerkan 10x kemudian disaring dan diinjeksikan ke ion kromatografi. Dari standar ammonium dan nitrat masing-masing dihasilkan 1 puncak ammonium dan 1 puncak nitrat. Bentuk kromatogram standar ammonium dan nitrat dapat dilihat pada Gambar 3.



**Gambar 3 Kromatogram Ammonium dari Larutan Standar dan Contoh Air Limbah**

Puncak yang dihasilkan oleh larutan contoh dapat diidentifikasi dengan membandingkan waktu retensi standar ammonium dan waktu retensi standar nitrat terhadap waktu retensi dari puncak yang dihasilkan oleh larutan contoh. Bentuk kromatogram dari larutan contoh air limbah dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 4 Kromatogram dari Larutan Contoh Air Limbah**

### 3.3 Penentuan Presisi Pengukuran Secara Kuantitatif

Presisi pengukuran kuantitatif dapat ditentukan dengan menganalisis contoh berulang-ulang (minimal 6 x pengulangan), dan menghitung nilai simpangan baku (SD) dan dari nilai simpangan baku tersebut dapat dihitung nilai koefisien variasi dengan rumus:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

$$KV(\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Dari nilai KV yang diperoleh dibandingkan dengan KV Horwitz yaitu suatu kurva berbentuk terompet yang menghubungkan reproducibilitas (presisi yang dinyatakan sebagai % KV) dengan konsentrasi analit. Presisi metode analisis diekspresikan sebagai fungsi dari konsentrasi melalui persamaan:

$$KV(\%) = 2^{1 - 0,5 \log C}$$

Dimana C merupakan fraksi konsentrasi dan dinyatakan sebagai pangkat dari 10. Presisi suatu metode akan memenuhi syarat apabila KV yang diperoleh dari percobaan lebih kecil dari KV Horwitz. Hasil pengujian presisi dapat dilihat pada Tabel 3 dan Tabel 4.

**Tabel 3 Hasil Uji Presisi Penentuan Ammonium**

No	Kons NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> mg/L (1)	Kons NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> mg/L (2)	Rata-rata NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> mg/L
1	1,93	1,79	1,860
2	1,74	1,79	1,765
3	1,99	1,81	1,900
4	1,92	1,79	1,855
5	1,79	1,82	1,805
6	1,96	1,78	1,870
Rata-rata			1,843
SD			0,0489
KV (%)			2,66
KV Horwitz (%)			14,59

**Tabel 4 Hasil Uji Presisi Penentuan Nitrat**

No	Kons Nitrat mg/L (1)	Kons Nitrat mg/L (2)	Rata-rata Nitrat mg/L
1	29,51	29,64	29,58
2	29,97	29,48	29,73
3	29,01	29,02	29,015
4	29,50	29,12	29,31
5	29,84	30,03	29,94
6	29,15	29,21	29,16
Rata-rata			29,456
SD			0,3544
KV (%)			1,20
KV Horwitz (%)			9,62

Dari hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa presisi metode penentuan ammonium dan nitrat total dapat diterima atau memenuhi syarat karena KV yang diperoleh 2,66% untuk ammonium dan 1,2% untuk nitrat, lebih kecil dari KV Horwitz 14,59% untuk ammonium dan 9,62% untuk nitrat.

### 3.4 Penentuan Akurasi Metode

Penentuan akurasi metode untuk membuktikan kedekatan antara hasil analisis dengan nilai benar, biasanya menggunakan Standard Reference Material (SRM). Karena contoh yang diuji adalah contoh untuk uji profisiensi yang mana nilai ammonium dan nitrat sudah diketahui dengan cara spaiking, maka recoverynya dapat ditentukan

Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 5 berikut ini

**Tabel 5 Hasil Pengujian % Recovery Penentuan Ammonium dan Nitrat**

Senyawa	Ditambahkan (mg/L)	Diperoleh (mg/L)	Recovery (%)
Ammonium	1,8	1,843	102,40
Nitrat	30	29,456	98,19

Dari hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa metode penentuan ammonium dan nitrat menggunakan ion kromatografi cukup akurat dengan % recovery mendekati 100%.

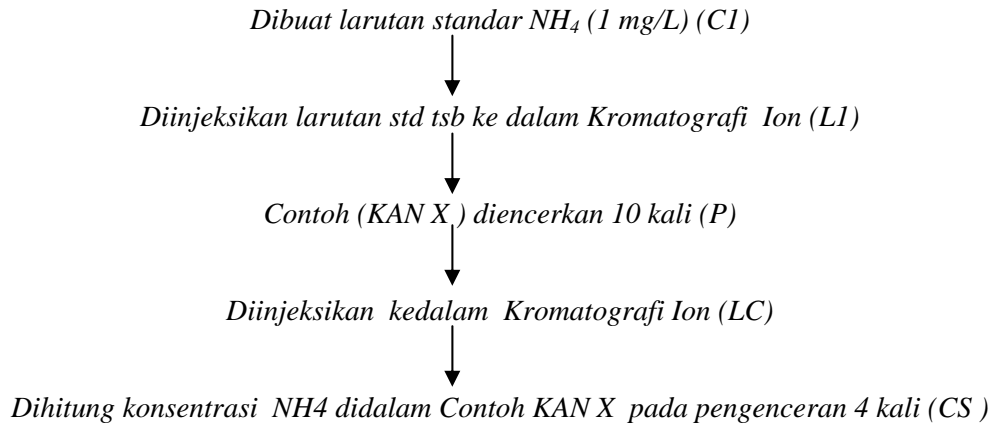
### 3.5 Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Indikator kualitas hasil pengujian dapat diukur dengan suatu besaran yang disebut uncertainty (ketidakpastian). Ketidakpastian pengukuran adalah interval (kisaran) nilai didalam mana nilai kuantitas yang diukur itu terletak, yang artinya di dalam mana nilai benar diperkirakan berada. Didalam ketidakpastian ini sudah diperhitungkan semua jenis kesalahan yang bisa timbul dalam pengukuran tersebut

Setiap faktor didalam pengujian dapat menjadi sumber timbulnya ketidakpastian pengukuran. Sumber-sumber ketidakpastian pengukuran dapat diperoleh dari sampling, preparasi contoh, kalibrasi, kondisi lingkungan pengukuran, efek personil dan nilai bahan acuan. Untuk mendapatkan nilai ketidakpastian pengukuran yang rendah perlu dipilih cara penentuan yang tepat dan cara melakukan pengujian yang benar dengan memperhatikan sumber-sumber kesalahan yang dapat memberikan kontribusi yang cukup berarti terhadap hasil ketidakpastian yang diperoleh.

Untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran pertama dilakukan dengan cara menyusun suatu model dari sistem pengujian yang diikuti dengan cara membuat daftar dari semua faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir pada pengujian tersebut. Pada penelitian ini akan dihitung ketidakpastian pengukuran pada

analisis ammonium dan nitrat menggunakan ion kromatografi yang mengacu kepada ISO GUM dan Eurachem Guide  
 Perhitungan ketidak pastian pengujian:



Rumus:

$$CC = \frac{LC \times P}{L1 \times 4} \times C1$$

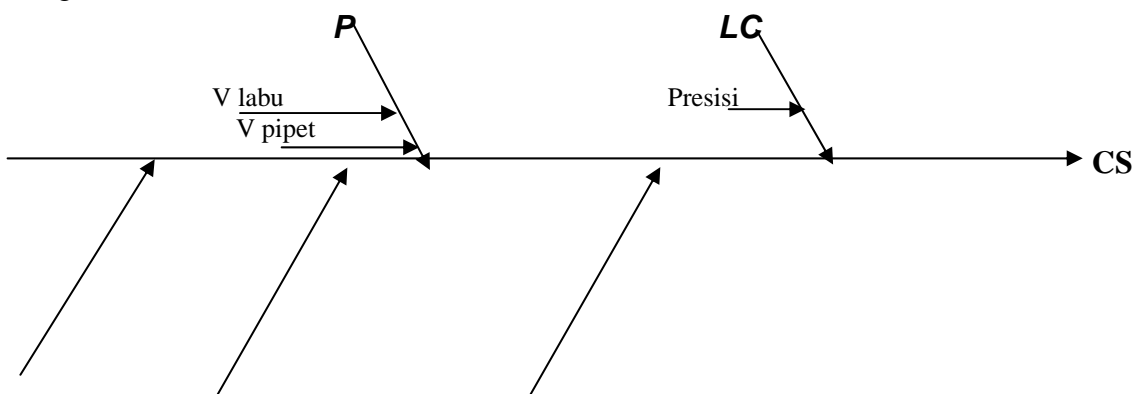
Dimana:

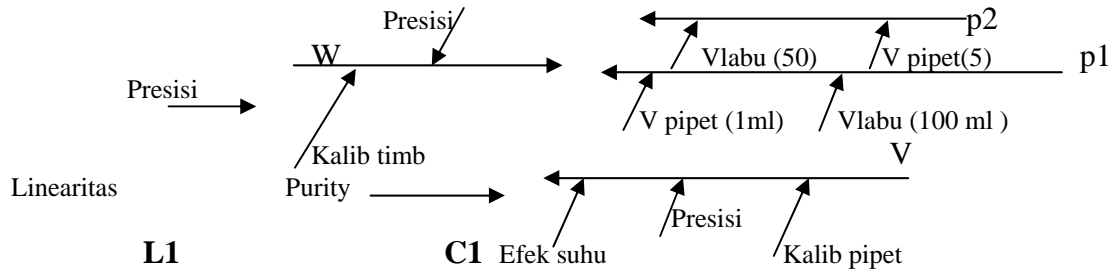
- CC = konsentrasi NH<sub>4</sub> di dalam Contoh
- LC = Luas puncak dari contoh
- P = Pengenceran Contoh
- L1 = Luas puncak lar Standar
- C1 = konsentrasi larutan standar ( mg/L )
- 4 = Konsentrasi contoh dihitung pada pengenceran 4 kali

**Tabel X Data untuk Persamaan**

Simbol	Uraian	Nilai	Satuan
CC	Konsentrasi NH <sub>4</sub> dalam Contoh	1.887	mg/Liter
LC	Luas puncak dari contoh	132263	SLP
P	Pengenceran Contoh	10	
L1	Luas puncak larutan standar	174069	SLP
C1	Konsentrasi standar NH <sub>4</sub>	0,9936	Mg/L

Diagram Cause & Effect





**Tabel 6 Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Baku**

Simbol	Perhitungan ketidakpastian baku / $\mu$	Ketidakpastian Baku / $\mu$
LC	$\mu = 1266$	$\mu LC = 1266$
	Pipet : $5 \pm 0,015$ ml $\mu = 0,015 / \sqrt{3} = 0,00866$ Efek suhu $\mu = 5 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,001819$ ml Presisi : $0,002803$ mL $\mu \text{ pipet} = \{(0,00866)^2 + (0,001819)^2 + (0,002803)^2\}^{0,5} = 0,009282304$ mL Labu takar Labu takar : $50 \pm 0,06$ ml $\mu \text{ kalib} = 0,06 / \sqrt{3} = 0,034641$ mL efek suhu = $\mu = 50 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,0181865$ ml Presisi $\mu \text{ presisi} = 0,000338$ mL $\mu \text{ labu takar} = \{(0,034641)^2 + (0,0181865)^2 + (0,000338)^2\}^{0,5} = 0,039126$ mL $\mu P = 10 \times \{(0,009282304/5)^2 + (0,039126/50)^2\}^{0,5}$ $= 0,020146$	$\mu P = 0,020146$

Simbol	Perhitungan ketidakpastian baku / $\mu$	Ketidakpastian Baku / $\mu$
C1	<p>Penimbangan :</p> <p><math>\mu</math> kalib = <math>2x(0,00002/2) = -0,00002</math> gram</p> <p><math>\mu</math> presisi = <math>0,00039/\sqrt{10} = 0,000123</math></p> <p><math>\mu</math> Penimb = <math>\{(0,00002)^2 + (0,000123)^2\}^{0,5}</math>  <b>= 0,000124615 gr</b></p> <p>Kemurnian ( <math>99,5 \pm 0,5</math> % )</p> <p><math>\mu</math>Pu = <math>0,005/\sqrt{3} = 0,00289</math></p> <p>Pelarutan</p> <p>Labu takar : <math>100 \pm 0,1</math> ml</p> <p><math>\mu</math> kalib = <math>0,1/\sqrt{3} = 0,0577</math> mL</p> <p>efek suhu =</p> <p><math>\mu</math> = <math>100 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,036373</math> ml</p> <p>Presisi</p> <p><math>\mu</math> presisi = <math>0,01037</math> mL</p> <p><math>\mu</math> pelarutan = <math>\{(0,0577)^2 + (0,036373)^2 + (0,01037)^2\}^{0,5}</math>  <b>= 0,068989882 mL</b></p> <p>Pengenceran 1 ( p1)</p> <p>Pipet : <math>1 \pm 0,008</math> ml</p> <p><math>\mu</math> kalib = <math>0,008/\sqrt{3} = 0,00462</math> mL</p> <p>Efek suhu</p> <p><math>\mu</math> = <math>1 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,00036373</math> ml</p> <p>Presisi : <math>0,001964869</math></p> <p><math>\mu</math> pipet = <math>\{(0,00462)^2 + (0,00036373)^2 + (0,0019649)^2\}^{0,5} = 0,00503364</math> mL</p> <p><math>\mu</math> kalib = <math>0,1/\sqrt{3} = 0,0577</math> mL</p> <p>efek suhu =</p> <p><math>\mu</math> = <math>100 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,036373</math> ml</p> <p>Presisi</p> <p><math>\mu</math> presisi = <math>0,01037</math> mL</p> <p><math>\mu</math> pelarutan = <math>\{(0,0577)^2 + (0,036373)^2 + (0,01037)^2\}^{0,5} = 0,068989882</math> mL</p> <p>Labu takar : <math>100 \pm 0,1</math> ml</p> <p><math>\mu</math> kalib = <math>0,1/\sqrt{3} = 0,0577</math> mL</p> <p>efek suhu =</p> <p><math>\mu</math> = <math>100 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,036373</math> ml</p> <p><math>\mu</math> presisi = <math>0,01037</math> mL</p> <p><math>\mu</math> labu takar = <math>\{(0,0577)^2 + (0,036373)^2 + (0,01037)^2\}^{0,5} = 0,068989882</math> mL</p> <p><math>\mu</math> p1 = <math>100 \times \{(0,00503364/1)^2 + (0,068989882/100)^2\}^{0,5} = 0,508069799</math></p>	$\mu$ C1 = $0,9936 \{ (0,000124615/0,2968)^2 + (0,00289/0,995)^2 + 0,0689899/100)^2 + (0,50807/100)^2 + 0,020164/10)^2 + (0,00001986/18)^2 + 0,0001172/53,5)^2 \}^{0,5}$ <b>= 0,006242426</b>

Simbol	Perhitungan ketidakpastian baku / $\mu$	Ketidakpastian Baku / $\mu$
	Pengenceran 2 ( p2) Pipet : $5 \pm 0,015$ ml $\mu = 0,015 / \sqrt{3} = 0,00866$ Efek suhu $\mu = 5 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,001819$ ml Presisi : 0,002803 mL $\mu$ pipet = $\{(0,00866)^2 + (0,001819)^2 + (0,002803)^2\}^{0,5} = 0,009282304$ mL Labu takar Labu takar : $50 \pm 0,06$ ml $\mu$ kalib = $0,06 / \sqrt{3} = 0,034641$ mL efek suhu = $\mu = 50 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,0181865$ ml Presisi $\mu$ presisi = 0,000338 mL $\mu$ labu takar = $\{(0,034641)^2 + (0,0181865)^2 + (0,000338)^2\}^{0,5} = 0,039126$ mL $\mu$ p2 = $10 \times \{(0,009282304/5)^2 + (0,039126/50)^2\}^{0,5}$ = <b>0,020146</b> Pipet : $5 \pm 0,015$ $\mu$ p2 = $10 \times \{(0,00667118/5)^2 + (0,039126/50)^2\}^{0,5}$ = <b>0,01547</b> BM NH4 $\mu$ N = $0,00002 / \sqrt{3} = 0,000011547$ $\mu$ H4 = $4 \times 0,000007 = 0,000028 / \sqrt{3} = 0,000016166$ $\mu$ BM NH4 = $\{(0,000011547)^2 + (0,000016166)^2\}^{0,5} = 0,00001986$ BM NH4Cl $\mu$ N = $0,00002 / \sqrt{3} = 0,000011547$ $\mu$ H4 = $4 \times 0,000007 = 0,000028 / \sqrt{3} = 0,000016166$ $\mu$ Cl = $0,0002 / \sqrt{3} = 0,00011547$ $\mu$ BM NH4Cl = $\{(0,000011547)^2 + (0,000016166)^2 + (0,00011547)^2\}^{0,5} =$ <b>0,000117166</b>	
L1	$\mu = S / \sqrt{n}$ = 1721	$\mu$ L1 = 1721
Linieritas	$\mu$ Lin = $0,15 / \sqrt{3} = 0,0866$	0,0866 mg/l

#### Ketidakpastian baku relatif

Simbol	Nilai	Ketidakpastian baku	Ketidakpastian baku relatif
LC	132263	1266	0,009572
P	10	0,020146	0,0020146
L1	174065	1721	0,009887
Cl	0,9936	0,0062424	0,0062826

#### Ketidak pastian gabungan tanpa linieritas

$$\mu_{CC} = 1,887 \times \{(0,009572)^2 + (0,0020146)^2 + (0,009887)^2 + (0,0062826)^2\}^{0,5}$$

$$= 0,028797971 \text{ mg/L}$$

$$\text{Ketidakpastian gabungan dengan linieritas} = \{(0,028797)^2 + (0,0866)^2\}^{0,5}$$

$$= 0,091262409 \text{ mg/L}$$

Ketidakpastian diperluas  $U$  ( pada tkt kepercayaan 95 %) =  $0,09126 \times 2 \text{ mg/L} = 0,1825 \text{ mg/L}$

Konsentrasi  $\text{NH}_4$  dalam Contoh =  $1,89 \pm 0,19 \text{ mg/L}$

**Perhitungan ketidak pastian pengujian nitrat**

*Dibuat larutan standar Camp Nitrat ( 10 mg/L ) dan Sulfat ( 4 mg/L ) ( CS)*

*Diinjeksikan larutan std tsb kedalam Kromatografi Ion ( LS)*

*Contoh ( KAN X ) diencerkan 10 kali ( P)*

*Diinjeksikan kedalam Kromatografi Ion ( LC)*

Dihitung konsentrasi Nitrat & Sulfat dalam Contoh KAN X pada pengenceran 4 kali (CC)

Rumus:

$$CC = \frac{LC \times P}{LS \times 4} \times CS$$

Dimana:

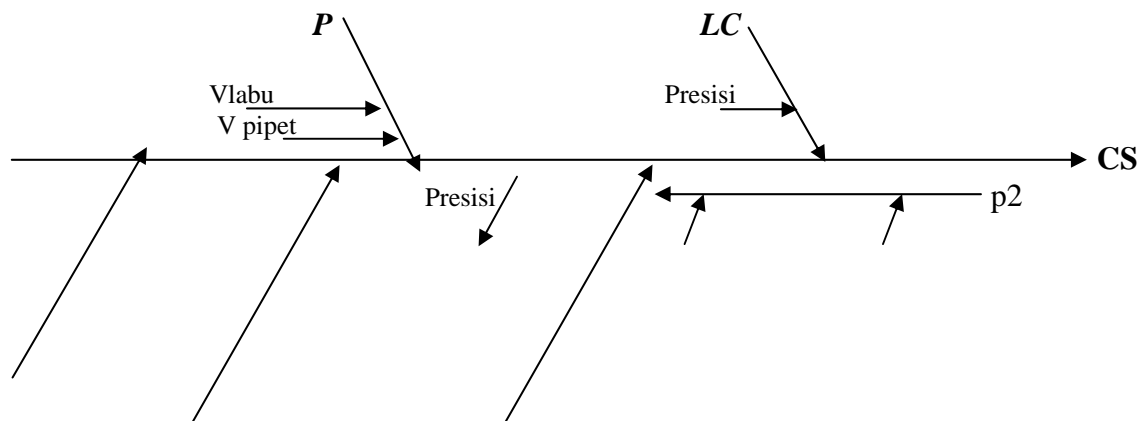
- CC = konsentrasi Nitrat atau Sulfat di dalam Contoh
- LC = Luas puncak dari contoh
- P = Pengenceran Contoh
- LS = Luas puncak lar Standar Nitrat atau Sulfat
- C1 = konsentrasi larutan standar (mg/L)
- 4 = Konsentrasi contoh dihitung pada pengenceran 4 kali

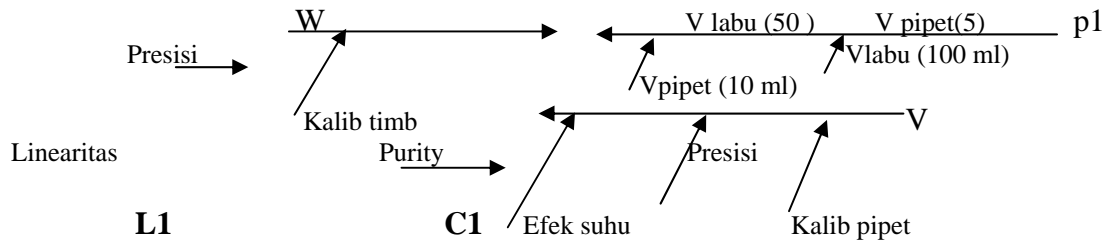
Perhitungan untuk Nitrat

**Tabel X Data untuk Persamaan**

Simbol	Uraian	Nilai	Satuan
CC	Konsentrasi nitrat dalam Contoh	29,752	Mg/Liter
LC	Luas puncak dari contoh	1031304	SLP
P	Pengenceran Contoh	10	
LS	Luas puncak larutan standar	872558	SLP
CS	Konsentrasi standar Nitrat	10,069	mg/L

Diagram Cause & Effect





**Tabel 2 Perhitungan Estimasi Ketidakpastian Baku**

Simbol	Perhitungan ketidakpastian baku / $\mu$	Ketidakpastian Baku / $\mu$
LC	$\mu = 20620$	$\mu LC = 20620$
P	Pipet : $5 \pm 0,015$ ml $\mu = 0,015 / \sqrt{3} = 0,00866$ Efek suhu $\mu = 5 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,001819$ ml Presisi : 0,002803 mL $\mu \text{ pipet} = \{(0,00866)^2 + (0,001819)^2 + (0,002803)^2\}^{0,5} = 0,009282304$ mL Labu takar Labu takar : $50 \pm 0,06$ ml $\mu \text{ kalib} = 0,06 / \sqrt{3} = 0,034641$ mL efek suhu = $\mu = 50 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,0181865$ ml Presisi $\mu \text{ presisi} = 0,000338$ mL $\mu \text{ labu takar} = \{(0,034641)^2 + (0,0181865)^2 + (0,000338)^2\}^{0,5} = 0,039126$ mL $\mu P = 10 \times \{(0,009282304/5)^2 + (0,039126/50)^2\}^{0,5} = 0,020146$	$\mu P = 0,020146$
CS	Penimbangan $\mu \text{ kalib} = 2 \times (0,00002/2) = -0,00002$ gram $\mu \text{ presisi} = 0,00039 / \sqrt{10} = 0,000123$ $\mu \text{ Penimb} = \{(0,00002)^2 + (0,000123)^2\}^{0,5} = 0,000124615$ gr Kemurnian ( 99,5 $\pm$ 0,5 % ) $\mu Pu = 0,005 / \sqrt{3} = 0,00289$ Pelarutan Labu takar : $100 \pm 0,1$ ml $\mu \text{ kalib} = 0,1 / \sqrt{3} = 0,0577$ mL efek suhu = $\mu = 100 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,036373$ ml Presisi $\mu \text{ presisi} = 0,01037$ mL $\mu \text{ pelarutan} = \{(0,0577)^2 + (0,036373)^2 + (0,01037)^2\}^{0,5} = 0,068989882$ mL	$\mu CS = 10,069 \times \{(0,000124615/0,1650)^2 + (0,00289/0,995)^2 + (0,0689899/100)^2 + (0,013973/10)^2 + (0,020146/10)^2 + (0,00005323/62)^2 + (0,00005354/101)^2\}^{0,5} = 0,03963$

Simbol	Perhitungan ketidakpastian baku / $\mu$	Ketidakpastian Baku / $\mu$
	Pengenceran 1 ( p1) Pipet : $10 \pm 0,02$ ml $\mu$ kalib = $0,02/\sqrt{3} = 0,011547$ mL Efek suhu $\mu = 10 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,0036373$ ml Presisi : 0,001044 $\mu$ pipet = $\{(0,011547)^2 + (0,0036373)^2 + (0,001044)^2\}^{0,5} = 0,012151$ mL Labu takar : $100 \pm 0,1$ ml $\mu$ kalib = $0,1/\sqrt{3} = 0,0577$ mL efek suhu = $\mu = 100 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,036373$ ml Presisi $\mu$ presisi = 0,01037 mL $\mu$ Labu takar = $\{(0,0577)^2 + (0,036373)^2 + (0,01037)^2\}^{0,5} = 0,068989882$ mL <b><math>\mu</math> pengenceran ( p1 ) =</b> <b><math>10 \{(0,012151/10)^2 + (0,0689899/100)^2\}^{0,5} = 0.013973</math></b> $\mu$ kalib = $0,1/\sqrt{3} = 0,0577$ mL efek suhu = $\mu = 100 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,036373$ ml Presisi $\mu$ presisi = 0,01037 mL <b><math>\mu</math> pelarutan = <math>\{(0,0577)^2 + (0,036373)^2 + (0,01037)^2\}^{0,5} = 0,068989882</math> mL</b>	
	Pengenceran 2 ( p2) Pipet : $5 \pm 0,015$ ml $\mu = 0,015 / \sqrt{3} = 0,00866$ Efek suhu $\mu = 5 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,001819$ ml Presisi : 0,002803 mL $\mu$ pipet = $\{(0,00866)^2 + (0,001819)^2 + (0,002803)^2\}^{0,5} = 0,009282304$ mL Labu takar Labu takar : $50 \pm 0,06$ ml $\mu$ kalib = $0,06/\sqrt{3} = 0,034641$ mL efek suhu = $\mu = 50 \times 3 \times 2,1 \times 10^{-4} / \sqrt{3} = 0,0181865$ ml Presisi $\mu$ presisi = 0,000338 mL $\mu$ labu takar = $\{(0,034641)^2 + (0,0181865)^2 + (0,000338)^2\}^{0,5} = 0,039126$ mL <b><math>\mu</math> p2 = <math>10 \times \{(0,009282304/5)^2 + (0,039126/50)^2\}^{0,5}</math></b> <b>= 0.020146</b> BM NO3 $\mu$ N = $0,00002/\sqrt{3} = 0,000011547$ $\mu$ O3 = $3 \times 0,00003 = 0,00009/\sqrt{3} = 0,00005196$ <b><math>\mu</math> BM NO3 = <math>\{(0,000011547)^2 + (0,00005196)^2\}^{0,5} = 5,32276E-05</math></b> BM KNO3 $\mu$ N = $0,00002/\sqrt{3} = 0,000011547$ $\mu$ O3 = $3 \times 0,00003 = 0,00009/\sqrt{3} = 0,00005196$ $\mu$ K = $0,00001/\sqrt{3} = 5,7735E-06$ <b><math>\mu</math> BM KNO3 = <math>\{(0,000011547)^2 + (0,00005196)^2 + (5,7735E-06)^2\}^{0,5} =</math></b> <b>5,35397E-05</b>	
LS	$\mu = S/\sqrt{n}$ $= 8779$	$\mu$ LS = 8779

Simbol	Perhitungan ketidakpastian baku / $\mu$	Ketidakpastian Baku / $\mu$
Linieritas	$\mu \text{ Lin} = 0,8/\sqrt{3} = 0,46188$	0,461mg/l

Ketidakpastian baku relatif

Simbol	Nilai	Ketidakpastian baku	Ketidakpastian Baku Relatif
LC	1031304	20620	0.005772
P	10	0.020146	0,0020146
LS	872558	8779	0.010062
CS	10,069	0,03963	0.003935843

Ketidakpastian gabungan tanpa linieritas

$$\mu \text{ CC} = 029,752 \times \{ (.005772)^2 + (0,0020146)^2 + (0.010062)^2 + (0.003935843)^2 \}^{0,5}$$

$$= 0,369344 \text{ mg/L}$$

$$\text{Ketidakpastian gabungan dengan linieritas} = \{ (0,369344)^2 + (0,461)^2 \}^{0,5}$$

$$= 0.591 \text{ mg/L}$$

Ketidakpastian diperluas U ( pada tkt kepercayaan 95 %) = 0,591 x2 mg/L = 1,182mg/L

Konsentrasi Nitrat dalam Contoh = 29.75 $\pm$  1,19mg/L

#### IV. KESIMPULAN

1. Analisis senyawa mengandung nitrogen baik yang berupa kation ataupun anion dapat dianalisis menggunakan ion kromatografi. Dari hasil analisis contoh air limbah diperoleh ammonium 1,89  $\pm$  0,19 mg/L, sedangkan nitrat 29,75  $\pm$  1,19 mg/L. Apabila dibandingkan dengan nilai yang dispaiking ke dalam contoh air limbah maka nilai yang diperoleh dari hasil analisis menggunakan metode ion kromatografi tidak berbeda jauh dengan % recovery 102,4 % untuk ammonium dan 98,9 % untuk nitrat.
2. Presisi metode memberikan nilai standar deviasi relatif (RSD) 2,66 % untuk ammonium dan 1,2 % untuk nitrat. Presisi yang dihasilkan cukup baik karena RSD yang dihasilkan lebih kecil dari nilai KV Horwitz yaitu 14,59 % untuk ammonium dan 9,62 % untuk nitrat
3. Metode ion kromatografi untuk analisis ammonium dan nitrat memberikan hasil yang linier pada rentang konsentrasi 0,5-2,5 mg/L untuk ammonium dan 5-25 mg/L untuk nitrat

## DAFTAR PUSTAKA

1. Collaborative Study Guidelines, *Journal of AOAC International*, Vol 78, No.5, 143A-160A ( 1995)
2. E.Sawicki, J.D.Mulik and E.Wittgensrein. Ion Chromatographic Analysis of Environmental Pollutants, p 125-141
3. Eurachem/Citac uide, Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2 nd Edition (2000)
4. Fajgelj. A, Ambrus. A. Principles and Practices of Method Validation. Special Publication N0. 256, pp179-189 ( 2000)
5. ISO Guide to The Expression of Uncertainty of Measurement, 1993, International Organization for Standardization, Geneva Switzerland
6. Mark Green. J. A Practical Guide to Analytical Method Validation. *Analytical Chemistry*, May 1, 68, 305 A-309A ( 1996)
7. Mary Ann H Franson, Standard Methods For The Examination of Wastewater, 20 th Edition, *American Public Health Association*, 1998, 4110-4110B, 4500-NH3 A-G, 4500-NO3 A-G
8. McClure, Foster D. Repeatability and Reproducibility Estimates from Collaborative Studies Based on Total Concentration of Trace Analytes. *Journal of AOAC International*, Vol 81, N0.4, 795-801 ( 1998)
9. Sumardi, 1995, Beberapa Aspek Standarisasi Metoda Analisis Kimia dan Penggunaan Bahan Acuan. Prosiding Seminar Standarisasi Metoda Analisis dan Produk Olahan Biji Sulfida. Puslitbang Geoteknologi LIPI Bandung