

Verifikasi metode Pengujian NO₂ dan SO₂ dalam Udara Ambient

Verification of Method for Testing NO₂ and SO₂ in Ambient Air

Ardhaningtyas Riza U.
Balai Riset dan Standardisasi Industri Surabaya
Jalan Jagir wonokromo No. 360
Surabaya
riza2308@gmail.com

Liayati Mahmudah
Balai Riset dan Standardisasi Industri Surabaya
Jalan Jagir wonokromo No. 360
Surabaya
liyatimahmuda02@gmail.com

Abstrak-- Verifikasi metode pengujian NO₂ dan SO₂ dalam udara ambient secara spektrofotometri yang mengacu pada SNI 7119-2 : 2017 dan SNI 7119-7 : 2017 telah dilakukan di laboratorium uji Baristand industry Surabaya dan didapatkan nilai LOQ gas NO₂ = 10.54 µg/Nm³, LOD = 3.16 µg/Nm³ dan MDL = 3.31 µg/Nm³. Sedangkan uji presisi didapatkan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan. RSD uji presisi yang didapatkan adalah 1.482 kecil dari 0.5 CV horwitz, yaitu 5.702. Kurva kalibrasi yang dibuat mempunyai linearitas (r) = 0.999. Sedangkan nilai LOQ gas SO₂ = 136.23 µg/Nm³, LOD = 40.87 µg/Nm³ dan MDL = 42.82 µg/Nm³. Sedangkan uji presisi didapatkan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan. RSD uji presisi yang didapatkan adalah 5.330 kecil dari 0.5 CV horwitz, yaitu 5.361. Kurva kalibrasi yang dibuat mempunyai linearitas (r) = 0.9985. Hasil verifikasi metode tersebut memenuhi syarat keberterimaan, sehingga metode tersebut dapat diterapkan di laboratorium uji Baristand Industri Surabaya.

Kata Kunci —*verifikasi, gas SO₂, gas NO₂, Udara Ambient, Limit of Quantity (LOQ), Methods Limit Detection (MDL), Kurva Kalibrasi, derajat linearitas, RSD, presisi.*

Abstract— *Verification of the methods of testing NO₂ and SO₂ in ambient air by spectrophotometry that refers to SNI 7119-2: 2017 and SNI 7119-7: 2017 have been carried out in the Baristand Industri Surabaya test laboratory and obtained LOQ NO₂ gas = 10.54 µg / Nm³, LOD = 3.16 µg / Nm³ and MDL = 3.31 µg / Nm³. While the precision test results are obtained that meet the acceptance requirements. RSD precision test obtained is 1.482 small from 0.5 CV Horwitz, which is 5.702. The calibration curve created has linearity (r) = 0.999. While the LOQ value of SO₂ gas = 136.23 µg / Nm³, LOD = 40.87 µg / Nm³ and MDL = 42.82 µg / Nm³. While the precision test results are obtained that meet the acceptance requirements. The RSD precision test obtained is 5,330 small from 0.5 CV Horwitz, which is 5,361. The calibration curve created has linearity (r) = 0.9985. The results of verification of the method meet the acceptance requirements, so that the method can be applied in the Baristand Industri Surabaya test laboratory.*

Keywords —*verification, SO₂ gas, NO₂ gas, Ambient Air, Limit of Quantity (LOQ), Limit Detection Methods (MDL), Calibration Curve, degree of linearity, RSD, precision.*

I. PENDAHULUAN

Pemerintah berusaha meningkatkan perekonomian negara dengan mengajak investasi industrialisasi. Namun

kegiatan industrialisasi ini akan memberikan dampak positif maupun negatif terhadap lingkungan sekitarnya. Salah satu dampak yang akan ditimbulkan adalah Pencemaran udara. Pencemaran udara tersebut disebabkan karena bahan bakar yang digunakan. Bahan bakar fosil umumnya mengeluarkan gas emisi berupa SO₂, NO₂ dan polutan yang lain yang menyebabkan masalah lingkungan berupa pencemaran udara dan hujan asam. [1] Pencemaran udara adalah hadirnya kontaminan di ruang terbuka dengan konsentrasi dan durasi yang sedemikian rupa, sehingga mengakibatkan gangguan, merugikan atau berpotensi merugikan kesehatan manusia atau hewan, tumbuhan atau benda-benda lainnya atau dapat mempengaruhi kenyamanan. [2]

Udara dikatakan tercemar, bila kualitasnya telah melampaui nilai ambang batas (NAB) menurut baku mutu (kualitas udara emisi maupun ambien) yang telah ditetapkan. Baku mutu udara adalah ukuran batas atau kadar unsur pencemaran udara yang dapat ditanggung keberadaannya dalam udara ambient. Udara ambien yang dimaksud adalah udara bebas di permukaan bumi pada lapisan troposfer (lapisan udara setebal 16 km dari permukaan bumi) yang berada di dalam wilayah yurisdiksi Republik Indonesia, yang dibutuhkan dan mempengaruhi kesehatan manusia, makhluk hidup dan unsur lingkungan hidup lainnya. Dengan kata lain udara bebas yang kita hirup disebut sebagai udara ambient. [3] Bila kualitas udara menjadi jelek dari semula akibat adanya kegiatan, namun masih dibawah NAB yang telah ditetapkan, maka kualitas udara tersebut belum dapat dikatakan tercemar, namun dapat dikatakan sebagai penurunan kualitas udara. [2].

Sumber pencemaran udara dapat berasal dari kegiatan alami dan kegiatan antropogenik. Contoh sumber kegiatan alami diantaranya adalah letusan gunung berapi, dekomposisi biotik, debu, spora tumbuhan, penguapan garam dari laut dan lain sebagainya. Kegiatan antropogenik (kegiatan manusia) menghasilkan pencemaran udara yang lebih besar dibandingkan kegiatan alami, misalnya emisi dari sumber bergerak yaitu transportasi, emisi dari sumber emisi tidak bergerak yaitu dari industri pembakaran sampah, kegiatan rumah tangga, industrialisasi dan lain sebagainya. Kendaraan bermotor merupakan salah satu sumber pencemar udara yang berasal dari proses pembakaran bahan bakar khususnya untuk

daerah perkotaan. Emisi gas buang yang keluar dari kendaraan bermotor pada umumnya mempunyai karakteristik bahan pencemar sebagai berikut: Sulfur Dioksida (SO₂), Nitrogen Dioksida (NO₂), Karbon Monoksida (CO), Partikulat debu, Hidro Karbon (NMHC) dan bahan-bahan organik lainnya. Bahan pencemar udara yang keluar dari cerobong (bahan pencemar primer) dapat berubah bentuk menjadi bahan pencemar lain (bahan pencemar sekunder) seperti oksidan fotokimia (Ozon) yang terbentuk dari gas NO yang bereaksi dengan Oksigen (O₂) dengan perantaraan sinar matahari.[4]

Tabel 1. Contoh Parameter Dominan yang berasal dari sumber spesifik

No.	Pencemar	Sumber Pencemar/Kegiatan
1.	SO ₂ , NO ₂ , CO, HC	Cerobong Pembangkit Listrik, Boiler, Pemanas Bahan Bakar
2.	Total Partikulat	Cerobong Pembangkit Listrik, Boiler, Pemanas Bahan Bakar, Sampah Peleburan Logam
3.	NH ₃	Cerobong Prilling Towe Pabrik Pupuk/Kimia
4.	HCl	Penghilang karat/pickling
5.	Cl ₂	Industry NaOH / Soda, cerobong bleaching industri pulp and paper
6.	Chlorin Dioksida (ClO ₂)	cerobong bleaching industri pulp and paper
7.	Total Sulfur Tereeduksi (TRS sebagai H ₂ S)	industri pulp and paper

Sumber utama SO₂ antropogenik adalah penggunaan batubara dan minyak bumi sebagai sumber energi. Kualitas batubara ditentukan oleh kadungan sulfur. Semakin tinggi kandungan sulfurnya semakin bagus pula kualitas batubara. Fly ash yang dipancarkan selain mengandung sulfur juga mengandung ion logam berat yang dapat terhidrolisis menjadi asam kuat dan berpotensi menyebabkan hujan asam. [5]

NO₂ adalah sumber pembakaran suhu tinggi pada kendaraan bermotor baik menggunakan bahan bakar bensin ataupun solar. Emisi nitrogen oksida dari pembakaran mayoritas (85-97%) dalam bentuk NO, didalam atmosfer NOcepat teroksidasi oleh ozon untuk membentuk NO₂. Emisi NO₂ dari kendaraan bermotor kurang dari 10% pada 1990-an dan meningkat menjadi 20% pada 2009. Peningkatan emisi NO₂ primer karena penggunaan katalis dalam kendaraan bermotor. Peningkatan fraksi NO₂ primer disebabkan oleh penggunaan katalis pada mesin diesel modern. NO_x di atmosfer terjadi keseimbangan kimia dipengaruhi oleh keadaan eteorologis. Pecahan emisi NO dengan cepat teroksidasi oleh O₃ menjadi NO₂. [6 ; 7]

Pemerintah telah menetapkan baku mutu udara ambien sebagaimana diatur dalam Peraturan Pemerintah Nomor 41 Tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara (selanjutnya disebut PP. No. 41 Tahun 1999). Baku mutu udara ambien nasional diatur dalam Pasal 4, sedangkan baku mutu udara ambien daerah ditetapkan oleh gubernur sesuai ketentuan yang diatur dalam Pasal 5 PP. No. 41 Tahun 1999. [4]Baku mutu udara ambien nasional ditetapkan sebagai batas maksimum mutu udara ambien untuk mencegah terjadinya pencemaran udara sebagaimana terlampir dalam PP No 41 Tahun 1999. Pemerintah menetapkan Baku Mutu Udara Ambien Nasional untuk melindungi kesehatan dan kenyamanan masyarakat. Baku Mutu Udara Ambien Nasional dilihat pada Tabel 2. [8].

Tabel 2. Baku Mutu udara ambient nasional menurut PP No. 41 Tahun 1999

No.	Parameter	Waktu	Baku Mutu
1.	Aerosol (PM ₁₀)	24 jam	150 µg/m ³
2.	CO	1 jam	30000 µg/m ³
		24 jam	10000 µg/m ³
3.	Ozon (O ₃)	1 jam	235 µg/m ³
		1 tahun	50 µg/m ³
4.	SO ₂	24 jam	365 µg/m ³
		1 tahun	80 µg/m ³
5.	NO ₂	1 jam	0.25 µg/m ³
		1 tahun	100 µg/m ³

Pengujian parameter udara untuk kegiatan monitoring industry terhadap Pencemaran yang ditimbulkan dilakukan oleh laboratorium lingkungan. Kegiatan pengujian tersebut identik dengan kegiatan pengendalian mutu. Seperti halnya dalam menilai kesesuaian spesifikasi uji atau objek uji. Para analis kimia dituntut untuk mampu menghasilkan data yang objektif dengan nilai akurasi dan presisi yang sesuai dengan persyaratan dalam metode yang diacu.

Verifikasi merupakan suatu uji kinerja metode standar. Metode standar adalah metode yang dikembangkan dan ditetapkan oleh suatu organisasi atau badan standardisasi nasional suatu Negara. Metode standar ini diterima secara luas, misalnya : ISO, ASTM, BSN, SNI dan lain sebagainya. Verifikasi ini dilakukan terhadap suatu metode standar sebelum diterapkan di laboratorium. Verifikasi sebuah metode bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid. Disamping itu verifikasi juga bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja. Hal ini dikarenakan laboratorium yang berbeda memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan

peralatan yang berbeda. Sehingga kinerja antara satu laboratorium dengan laboratorium lainnya berbeda.

Di dalam verifikasi metode, kinerja yang akan diuji adalah keselektifan, seperti uji akurasi (ketepatan) dan presisi (kecermatan). Suatu metode yang presisi belum menjadi jaminan bahwa metode tersebut dikatakan akurat. Begitu juga sebaliknya, suatu metode yang tepat (akurat) belum tentu presisi. Akurasi diartikan sebagai kedekatan hasil analisa terhadap nilai yang sebenarnya. Presisi diartikan sebagai kedekatan antara sekumpulan hasil analisa. Sedangkan reliabilitas data adalah gabungan antara presisi dan akurasi. Dengan kata lain, akurasi bertujuan untuk mendapatkan suatu nilai yang benar. Presisi bertujuan untuk mendapatkan nilai yang sama. Sedangkan reliabilitas data adalah untuk mendapatkan nilai yang benar dan sama. Reliabilitas data (keandalan suatu data) merupakan syarat mutlak yang harus dimiliki oleh suatu laboratorium analisa. Suatu laboratorium yang berkualitas harus dapat mengeluarkan data-data yang andal dan dapat dipercaya, memiliki akurasi dan presisi tinggi.

Metode uji yang digunakan untuk pengujian gas NO₂ dalam udara ambient mengacu pada SNI 7119-2 : 2017. Dalam metode ini dijelaskan bahwa penentuan nitrogen oksida (NO₂) dengan metode Griess-Saltzman dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm. Metode ini dapat digunakan untuk kisaran konsentrasi 4 µg/Nm³ sampai 500 µg/Nm³ atau 0.002 ppm sampai dengan 5 ppm udara. Prinsip dari metode ini adalah gas nitrogen dioksida (NO₂) dijerap dalam larutan Griess-Saltzman sehingga membentuk suatu senyawa azo dye berwarna merah muda. Konsentrasi larutan ditentukan segera (kurang dari 1 jam) secara spektrofotometri pada panjang gelombang 550 nm.

Metode uji yang digunakan untuk pengujian gas SO₂ dalam udara ambient mengacu pada SNI 7119-7 : 2017. Metode ini digunakan untuk penentuan sulfur dioksida (SO₂) dengan metode pararosanilin menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 550 nm dengan kisaran konsentrasi 25 µg/Nm³ sampai dengan 1000 µg/Nm³ atau 0.01 ppm sampai 0.4 ppm. Prinsip dari metode ini gas sulfur dioksida (SO₂) diserap dalam larutan penjerap tetrakloromercurat membentuk senyawa kompleks diklorosulfonatomercurat. Dengan menambahkan larutan pararosanilin dan formaldehyde ke dalam senyawa diklorosulfonatomercurat maka terbentuk senyawa pararosanilin metil sulfonat yang berwarna ungu. Konsentrasi larutan diukur pada panjang gelombang 550 nm.

II. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Bahan dan peralatan yang digunakan untuk pengujian gas NO₂ dalam udara ambient yang mengacu pada SNI SNI 7119-2 : 2017 antara lain :

- hablur asam sulfanilat (H₂NC₆H₄SO₃H)
- larutan asam asetat

- air bebas mineral
- natrium nitrit (NaNO₂)
- larutan induk N-(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida (NEDA, C₁₂H₁₆C₁₂N₂)
- aseton (C₃H₆O)
- larutan penjerap Griess-Saltzman
- Larutan Induk Nitrit (NO₂) 2000 µg/ml

Sedangkan peralatan yang digunakan antara lain :

- Seperangkat peralatan impinger
- Labu ukur 25 ml, 100 ml, 1000 ml
- Gelas piala 100 ml, 500 ml dan 1000 ml
- Pipet mikro
- Spektrofotometer
- Neraca analitik
- Oven
- Botol berwarna gelap
- Barometer
- Thermometer
- Desikator dan gelas arloji

Peralatan dan bahan yang digunakan untuk pengujian gas SO₂ dalam udara ambient yang mengacu pada SNI 7119-7 : 2017, antara lain :

- Larutan penjerap tetrakloromercurat
- Larutan induk metabisulfit
- Larutan standar natrium metabisulfit (Na₂S₂O₅)
- Larutan iod 0,01 N
- Larutan indicator kanji
- Larutan asam klorida (HCl) (1+10)
- Larutan induk natrium tiosulfat (Na₂S₂O₃) 0,01 N
- Larutan asam klorida (HCl) 1 M
- Larutan asam sulfamat (NH₂SO₃H) 0,6 % b/v
- Larutan asam fosfat (H₃PO₄) 3 M
- Larutan induk pararosanilin
- Larutan formaldehida (HCHO) 0,2 % v/v
- Larutan penyangga asetat 1 M

Sedangkan peralatan yang digunakan antara lain :

- Seperangkat peralatan impinger
- Buret 50 ml
- Labu Erlenmeyer asah bertutup 250 ml
- Labu ukur 25 ml, 100 ml, 1000 ml
- Gelas piala 100 ml, 500 ml dan 1000 ml
- Pipet mikro
- Spektrofotometer
- Neraca analitik
- Oven
- Botol berwarna gelap
- Barometer
- Thermometer
- Desikator dan gelas arloji

B. Metodologi

1. Metode Uji Gas NO₂ Dalam Udara Ambient Sesuai SNI 7119-2 : 2017

Sebelum melakukan pengambilan contoh gas NO₂, kita harus menyiapkan larutan penjerap gas NO₂, sebagai berikut :

- Larutkan 5 gram asam sulfanilat anhidrat atau 5.5 gram asam sulfanilatmonohidrat dalam gelas piala 1000 mL dengan 140 mL asam asetat glasial, aduk secara hati hati dengan stirrer sambil ditambahkan dengan air bebas mineral hingga ± 800 mL.
- Pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 1000 mL
- Tambahkan 20 mL larutan induk NEDA dan 10 mL aseton, tambahkan air bebas mineral hingga tanda tera lalu homogenkan.

Pembuatan larutan penjerap ini tidak boleh terlalu lama kontak dengan udara dan harus disimpan dalam botol berwarna gelap. Larutan ini stabil selama dua bulan.

Sedangkan metode pengujian gas NO₂ dalam udara ambient setelah dijerap dalam larutan penjerap adalah sebagai berikut :

- a. Masukkan larutan contoh uji ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, lalu ukur intensitas warna merah muda yang terbentuk pada panjang gelombang 550 nm
- b. Baca serapan contoh uji kemudian hitung konsnetrasi dengan menggunakan kurva kalibrasi
- c. Lakukan langkah a sampai b pada larutan penjerap dan diukur sebagai larutan blanko

2. Metode Uji Gas SO₂ Dalam Udara Ambient Sesuai SNI 7119-7 : 2017

Sebelum melakukan pengambilan contoh gas SO₂, kita harus menyiapkan larutan penjerap gas SO₂, sebagai berikut :

- larutkan 10.86 gram merkuri (II) klorida (HgCl₂) dengan 800 mL air bebas mineral ke dalam gelas piala 1000 mL.
- Tambahkan berturut turut 5.96 gram Kalium Clorida (KCl) dan 0.066 gram EDTA lalu aduk sampai homogen
- Pindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL, encerkan dengan air bebas mineral hingga tanda batas.

Larutan penjerap ini stabil hingga 6 bulan jika tidak terbentuk endapan dan bisa digunakan jika pH antara 3 sd 5.

Sedangkan metode pengujian gas SO₂ dalam udara ambient setelah dijerap dalam larutan penjerap adalah sebagai berikut :

- a. Pindahkan larutan contoh uji ke dalam labu takar 25 mL dan bilas impinge dengan 5 mL air bebas mineral
- b. Diamkan selama 20 menit
- c. Tambahkan 1 mL larutan asam sulfamat 0,6 % dan tunggu sampai 10 menit
- d. Tambahkan 2 mL larutan formaldehyde 0.2% dan 5 mL larutan pararosanilin, diamkan selama 30 menit.
- e. Tepatkan dengan air bebas mineral sampai volume 25 mL lalu homogenkan
- f. Ukur serapan dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm paling lama 30 menit setelah proses butir e
- g. Lakukan butir c sampai dengan f dengan menggunakan 10 mL larutan penjerap.

3. Working range dan linear range

Membuat deret standard dari larutan baku. Deret standard tersebut dibaca absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm.

4. Presisi (Repeatability)

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian hasil uji individual. diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata, jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen [9]. Menyiapkan larutan standard dengan konsentrasi tertentu sebanyak 7 duplikat kemudian diuji sesuai dengan metode. Reapitabilitas diukur dengan menghitung *Relative Standard Deviation* atau simpangan baku relatif (RSD) dari beberapa ulangan contoh yang dilakukan. Dari nilai simpangan baku tersebut dapat dihitung nilai koefisien variannya (CV). Nilai CV yang diperoleh dari ulangan pengujian contoh (RSD) dibandingkan dengan CV Horwitz. Perhitungan CV (RSD) contoh adalah sebagai berikut :

$$(RSD)_{contoh} = \frac{SD}{Xr} \times 100 \quad [1]$$

Dimana :

SD = Standard Deviasi konsentrasi contoh yang dihasilkan dari ulangan pengujian (minimal 7 ulangan)

Xr = Rata-rata konsentration ulangan pengujian

Sedangkan perhitungan CV horwitz adalah sebagai berikut :

$$CV_{Horwits} = 2^{-1-0,5 \log C} \quad [2]$$

Dimana :

C = konsentrasi rata-rata dari 7 kali pembacaan

Syarat keberterimaannya adalah RSD yang dihitung harus kurang dari 1/2 dari nilai CV Horwitz :

$$RSD_{\text{contoh}} < 1/2 CV_{\text{horwitz}} \quad [3]$$

5. *Limit of Quantitation (LOQ) dan Methods Detection*

Limit (MDL)

Limit of Quantity (LOQ) ditentukan dengan menggunakan sampel yang mempunyai kadar paling kecil yang masih bisa terbaca dengan menggunakan metode yang kita gunakan. Pengukuran dilakukan minimal tujuh kali dengan menggunakan sampel yang ditambah spike dengan konsentrasi terkecil. Rata-rata recovery yang didapatkan dari penambahan spike tersebut harus berada dalam range 85% – 115%. Besar limit deteksi (LOD) dinyatakan dengan nilai rata-rata sampel + 3SD. Dimana SD adalah standar deviasi (simpangan baku) dari sampel. Sedangkan besarnya Limit of Quantity (LOQ) biasanya dinyatakan dengan nilai rata-rata sampel +10 SD. Cara lain untuk menentukan batas deteksi dan kuantitasi adalah melalui penentuan rasio S/N (*signal to noise ratio*). Rasio S/N didapatkan dari pembagian konsentrasi rata-rata dan standard deviasi (SD).

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. *Verifikasi Metode Uji Gas NO₂ Dalam Udara Ambient Mengacu Pada SNI 7119-2 :2017*

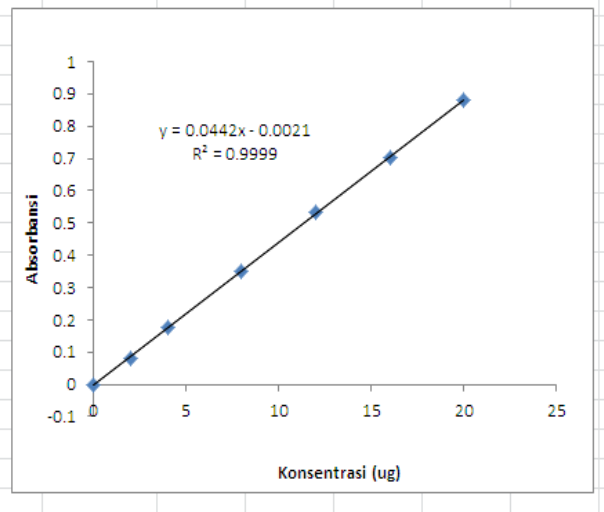
1. *Working Range dan Linear Range*

Hasil pembacaan absorbansi deret standard NO₂ adalah sebagai berikut :

TABEL 3. PEMBACAAN ABSORBANSI DERET STANDARD NO₂

Konsentrasi (ug)	Absorbansi
0	0
2	0.081
4	0.178
8	0.351
12	0.531
16	0.703
20	0.883

Kemudian data tersebut diatas diplot dalam kurva kalibrasi (Gambar 1) dan didapatkan persamaan [4] dengan derajat linieritas kurva (r) = 0.9999. Derajat linear kurva tersebut telah memenuhi persyaratan pengendalian mutu dalam SNI 7119-2 : 2017, yaitu minimal minimal 0.95.



Gambar 1. Kurva Kalibrasi gas NO₂

Persamaan kurva kalibrasi yang didapatkan adalah sebagai berikut :

$$Y = 0.0442 x - 0.0021 \quad [4]$$

Setelah itu dilakukan uji linearitas dengan membaca kembali absorbansi salah satu standard pada deret kurva kalibrasi dan menghitung kembali konsentrasi yang didapat dengan menggunakan persamaan linear kurva tersebut. Standard yang akan dibaca adalah 10 µg, kemudian absorbansi yang didapat dimasukkan dalam persamaan [4]. Didapatkan hasil seperi yang tertera pada Tabel 4.

TABEL 4. UJI LINEARITAS KURVA KALIBRASI NO₂

Batas Keberterimaan Linearitas Kurva Kalibrasi		
Batas Keberterimaan	Hasil	Kesimpulan
r	0.9999	DITERIMA
Intercept ≤ MDLest	0.0021 ≤ 4.217	DITERIMA
MDLest = (4/10)*LOQ		
MDLest = (4/10)*10.542		
MDLest = 4.217		
Laboratory Control Standard		DITERIMA
Kosent standard 10 mg/L	= 9.68 /10 * 100 %	
terbaca 9.68 mg/L	= 96.8 %	
% R _{LCS} = 100% ± 10%	90 % < 96.8% < 110%	

Gambar 1 dan Tabel 4 menunjukkan bahwa kurva kalibrasi tersebut sudah linear dan sesuai dengan standard pengendalian mutu NO₂ yang tercantum pada SNI 7119-2 : 2017. Hasil uji linearitas menunjukkan hasil yang bisa diterima.

2. *Presisi (Repeatability)*

Sampel yang digunakan untuk uji presisi adalah larutan standard gas NO₂ dengan konsentrasi 10 µg/. Berikut ini adalah hasil pembacaan repeatability sampel :

TABEL 5. HASIL PEMBACAAN PRESISI NO₂ DALAM UDARA AMBIENT

No.	Konsentrasi (ug) (X)	(X-Xr) ²	% R
1	9.50	0.000130612	95
2	9.68	0.036644898	96.8
3	9.43	0.003430612	94.3
4	9.39	0.009716327	93.9
5	9.63	0.020002041	96.3
6	9.52	0.000987755	95.2
7	9.27	0.047773469	92.7
Rata-2 (Xr)		9.5	94.89
SD		0.141	
CV (RSD) _{contoh}	{SD / Xr } * 100%	1.482	
CV _{horwitz}	2 * {1 - (0.5 * LOG(Xr * 10 ⁻⁶ - 6))}	11.403	
CV _{repeatability}	1/2 * CV horwitz	5.702	

Batas Keberterimaan

1	RSD _{contoh} < CV _{Repeatability} 1.482 < 5.702	DITERIMA
---	--	----------

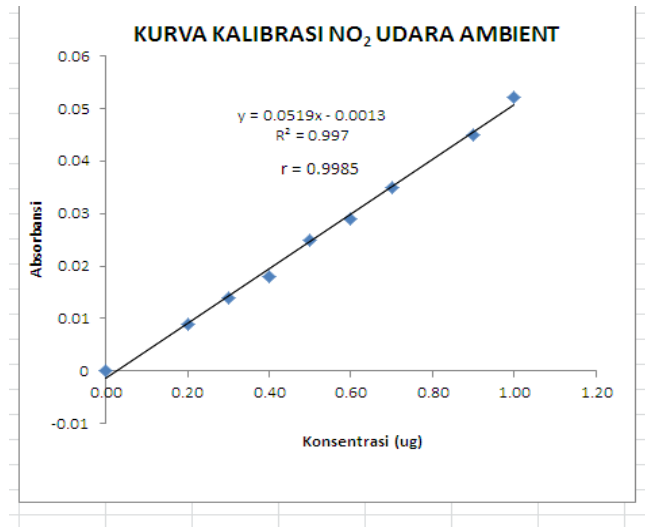
Tabel 5 menunjukkan hasil RSD_{contoh} < CV_{Repeatability}, yaitu 1.482 < 5.702, sehingga dapat disimpulkan bahwa presisi gas NO₂ memenuhi persyaratan batas keberterimaannya.

3. Limit of Quantity (LOQ), Methods Detection Limit (MDL) dan Limit of Detection (LOD)

Pembacaan terhadap 7 pengulangan sampel udara ambient yang dibuat dari standard NO₂. Kurva kalibrasi yang digunakan untuk pembacaan LOQ adalah kurva deret standard kecil, yaitu sebagai berikut :

TABEL 6. DERET STANDARD KURVA LOQ

Konsentrasi (ug)	absorbansi
0.00	0
0.20	0.009
0.30	0.014
0.40	0.018
0.50	0.025
0.60	0.029
0.70	0.035
0.90	0.045
1.00	0.052



Gambar 2. Kurva Kalibrasi NO₂ Konsentrasi Rendah

Konsentrasi yang digunakan untuk pembacaan LOQ adalah 0.2 µg. Berikut ini adalah hasil pembacaan standard 0.2 µg NO₂ dan perhitungan Limit Of Quantity dari pengujian :

TABEL 7. HASIL PERHITUNGAN LOQ

n	Konsentrasi contoh + sp (ug)	Recovery (%)
1	0.1961	98.05
2	0.1569	78.45
3	0.2157	107.85
4	0.1961	98.05
5	0.1961	98.05
6	0.1765	88.25
7	0.2353	117.65

Rata-rata konsentrasi	= ∑ konsentrasi / n	0.1961
SD		0.0253
MDL	= nilai tabel t * SD = 3.143 * SD	0.0795 0,0795 ug
MDL/volume udara		3.312 ug/Nm ³
LOQ	= 10 * SD	0.2530 0.2530 ug
LOQ/volume udara		10.542 ug/Nm ³
LOD	= 3 * SD	0.0759 0.0759 ug
LOD/volume udara		3.1625 ug/Nm ³
Volume udara (STP)		0.024 Nm ³
Spike (ug/L)	=	0.200
Rata-rata % Spike	= ∑ % Recovery / n	98.05
S/N Estimate	= Rata2/SD	7.75

Batas Keberterimaan			
1	MDL < baku mutu	3.312 ug/Nm ³ < 92.5 ug/Nm ³	DITERIMA
2	High Spike Check = sp < 10*MDL	0.2 ug < 0.795	DITERIMA
3	Low Spike Check = sp > MDL	0.2 ug > 0,0795	DITERIMA
4	S/N Estimate = 2.5 < S/N < 10	2,5 < 7.75 < 10	DITERIMA
5	Rata-rata % Recovery = 85 < ave R < 115	85 < 98.05 < 115	DITERIMA

Tabel 7 menunjukkan bahwa hasil perhitungan LOQ telah memenuhi syarat keberterimaan. Dimana LOQ pengujian NO₂ dalam udara ambient dengan menggunakan metode SNI 7119-2:2017 adalah 10.542 µg/Nm³. Sedangkan MDL nya adalah 3.312 µg/Nm³. Jika LOQ yang didapatkan lebih besar dari baku mutu sampel, maka yang dituliskan di lembar hasil uji adalah nilai MDL nya. Persyaratan maksimum kadar gas NO₂ dalam udara ambientsesuai baku mutu air bersih yang mengacu pada Baku Mutu udara ambient menurut KEPGUB Jatim No. 10 Tahun 2009 adalah 92,5 µg/Nm³ (per 24 jam) atau 3.854 µg/Nm³ (per 1 jam).

B. Verifikasi Metode Uji Gas SO₂ Dalam Udara Ambient Mengacu Pada SNI 7119-7 :2017

1. Working Range dan Linear Range

Hasil pembacaan absorbansi deret standard SO₂ adalah sebagai berikut :

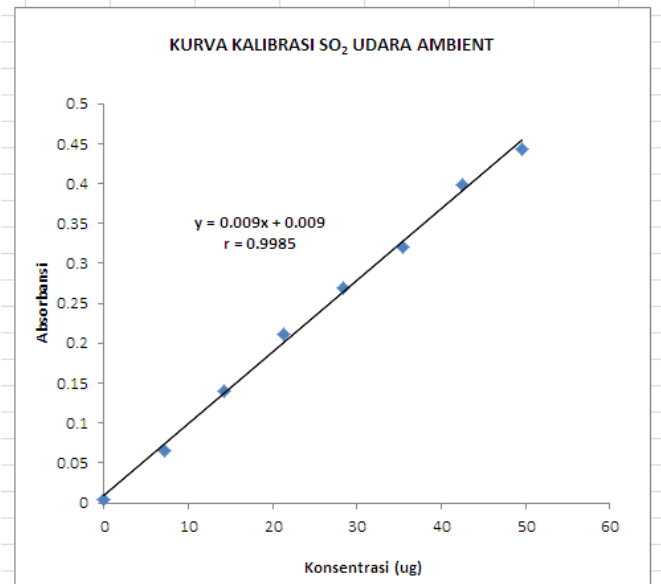
TABEL 8 HASIL PEMBACAAN ABSORBANSI DERET STANDARD

KONSENTRASI (ug)	Absorbansi
0	0.0042
7.0904	0.0655
14.1808	0.1409
21.2712	0.2121
28.3616	0.2687
35.452	0.3212
42.5424	0.3985
49.6328	0.4432

Kemudian data tersebut diatas diplot dalam kurva kalibrasi (Gambar 3) dan didapatkan persamaan sebagai berikut :

$$Y = 0.099 x + 0.099 \quad [5]$$

Dengan derajat linieritas kurva (r) = 0.9985, telah memenuhi persyaratan pengendalian mutu dalam SNI 7119-7 : 2017.



Gambar 3. Kurva Kalibrasi SO₂

Setelah itu dilakukan uji linearitas dengan membaca kembali absorbansi salah satu standard pada deret kurva kalibrasi dan menghitung kembali konsentrasi yang didapat dengan menggunakan persamaan linear kurva tersebut. Standard yang akan dibaca adalah 14.1808 µg, kemudian absorbansi yang didapat dimasukkan dalam persamaan [5]. Didapatkan hasil seperi yang tertera pada Tabel 8.

TABEL 9. UJI LINEARITAS KURVA KALIBRASI SO₂

Batas Keberterimaan Linearitas Kurva Kalibrasi		
Batas Keberterimaan	Hasil	Kesimpulan
r	0.9985	DITERIMA
Intercept ≤ MDLest	0.009 ≤ 54.492	DITERIMA
MDLest = (4/10)*LOQ		
MDLest = (4/10)*136.23		
MDLest = 54.492		
Laboratory Control Standard		DITERIMA
Kosent standard 14.1808 mg/L	= 14.1808 /14.7778 * 100 %	
terbaca 14.7778 mg/L	= 95.96 %	
% R _{LCS} = 100% ± 10%	90 % < 95.96% < 110%	

Gambar 3 dan Tabel 9 menunjukkan bahwa kurva kalibrasi tersebut sudah linear dan sesuai dengan standard pengendalian mutu SO₂ yang tercantum pada SNI 7119-7 : 2017. Hasil uji linearitas menunjukkan hasil yang bisa diterima.

2. Presisi (Repeatability)

Sampel yang digunakan untuk uji presisi adalah larutan standard gas NO₂ dengan konsentrasi 14.1808 µg/. Berikut ini adalah hasil pembacaan repeatability sampel :

TABEL 10. HASIL PEMBACAAN PRESISI GAS SO₂

No.	Konsentrasi (ppm) (X)	(X-Xr) ²	%R
1	13 8889	0.157461577	97.94
2	14 7778	0.24214835	104.21
3	13 8333	0.204678686	97.55
4	14 5000	0.045918367	102.25
5	15 2778	0.984234064	107.74
6	14 7222	0.190519779	103.82
7	13 0000	1.653061224	91.67
Rata-2 (Xr)		14.3	
SD		0.761	
CV (RSD) _{contoh} (SD / Xr) * 100%		5.330	
CV horwitz (2*(1-(0.5*LOG(Xr*10 ⁻⁶))))		10.722	
CV _{repeatability} (1/2 * CV horwitz)		5.361	

Batas Keberterimaan

1	RSD _{contoh} < CV _{repeatability} 5.330 < 5.361	DITERIMA
---	--	----------

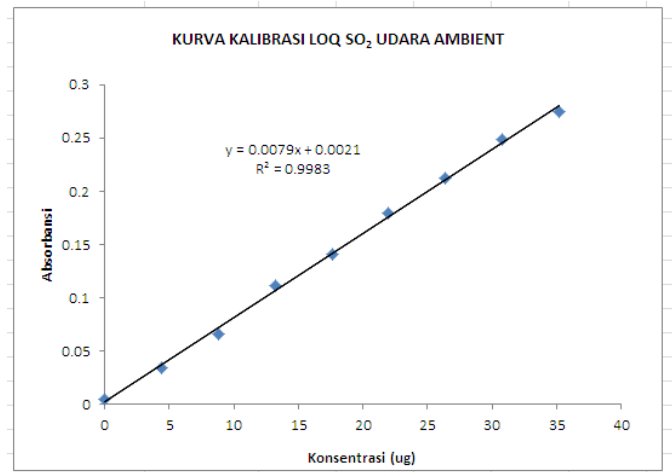
Tabel 9 menunjukkan hasil RSD_{contoh} < CV_{repeatability}, yaitu 5.330 < 5.361, sehingga dapat disimpulkan bahwa presisi sulfat memenuhi persyaratan batas keberterimaannya.

3. Limit of Quantity (LOQ), Methods Detection Limit (MDL) dan Limit of Detection (LOD)

Pembacaan terhadap 7 pengulangan sampel udara ambient yang dibuat dari standard SO₂ dengan konsentrasi yang paling kecil. Kurva kalibrasi yang digunakan untuk pembacaan LOQ adalah sebagai berikut :

TABEL 11. HASIL PEMBACAAN ABSORBANSI DERET STANDARD

konsentrasi (ug)	Absorbansi
0	0.0042
4.3988	0.034
8.7976	0.066
13.1963	0.111
17.5951	0.141
21.9939	0.18
26.3927	0.212
30.7914	0.249
35.1902	0.275



Gambar 4. Kurva Kalibrasi LOQ SO₂

Konsentrasi yang digunakan untuk pembacaan LOQ adalah 6.598 µg. Berikut ini adalah hasil pembacaan standard SO₂ 6.598 µg dan perhitungan Limit Of Quantity dari pengujian :

TABEL 12.. HASIL PERHITUNGAN LOQ SO₂

n	Konsentrasi contoh + sp (ug)	Recovery (%)
1	7.8283	118.65
2	7.0707	107.16
3	8.2071	124.39
4	6.9444	105.25
5	6.8182	103.34
6	5.6818	86.11
7	6.6919	101.42
Rata-rata konsentrasi = Σ konsentrasi / n		7.0346
SD		0.8174
MDL = nilai tabel t * SD		2.5690
= 3.143 * SD		2.569 ug
MDL/volume udara		42.82 ug/Nm ³
LOQ = 10 * SD		8.1736
LOQ / volume udara		136.23 ug/Nm ³
LOD = 3 * SD		2.4521
LOD / volume udara		2.4521 ug
LOD / volume udara		40.8683 ug/Nm ³
Volume Udara (STP)		0.060 Nm ³
Spike (ug/L)		6.598
Rata-rata % Spike = Σ % Recovery / n		106.62
S/N Estimate = Rata2/SD		8.61

Batas Keberterimaan			
1	MDL < baku mutu	42.82 ug/Nm ³ < 262 ug/Nm ³	DITERIMA
2	High Spike Check = sp < 10*MDL	6.59816 ug < 25.69	DITERIMA
3	Low Spike Check = sp > MDL	6.59816 ug > 2.569	DITERIMA
4	S/N Estimate = 2.5 < S/N < 10	2.5 < 8.61 < 10	DITERIMA
5	Rata-rata % Recovery = 85 < ave R < 115	85 < 106.62 < 115	DITERIMA

Tabel 12 menunjukkan bahwa hasil perhitungan LOQ telah memenuhi syarat keberterimaan. Dimana LOQ pengujian SO₂ dengan menggunakan metode SNI 7119-7 : 2017 adalah 136.23 µg/Nm³, sedangkan MDL nya adalah 42.82 mg/L. Jika LOQ yang didapatkan lebih besar dari baku mutu sampel, maka yang dituliskan di lembar hasil uji adalah nilai MDL nya. Persyaratan maksimum kadar gas SO₂ dalam udara ambient yang mengacu pada Baku Mutu udara ambient menurut KEPGUB Jatim No. 10 Tahun 2009 adalah 92,5 µg/Nm³ (per 24 jam) atau 3.854 µg/Nm³ (per 1 jam).

IV. KESIMPULAN

Dari kegiatan verifikasi metode uji gas NO₂ dan SO₂ dalam udara ambient sesuai SNI 7119-2 : 2017 dan SNI 7119-7 : 2017, didapatkan nilai LOQ gas NO₂ = 10.54 µg/Nm³, LOD = 3.16 µg/Nm³ dan MDL = 3.31 µg/Nm³. Sedangkan uji presisi didapatkan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan. RSD uji presisi yang didapatkan adalah 1.482 kecil dari 0.5 CV horwitz, yaitu 5.702. Kurva kalibrasi yang dibuat mempunyai linearitas (r) = 0.999. Sedangkan nilai LOQ gas SO₂ = 136.23 µg/Nm³, LOD = 40.87 µg/Nm³ dan MDL = 42.82 µg/Nm³. Sedangkan uji presisi didapatkan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan. RSD uji presisi yang didapatkan adalah 5.330 kecil dari 0.5 CV horwitz, yaitu 5.361. Kurva kalibrasi yang dibuat mempunyai linearitas (r) = 0.9985. Verifikasi metode uji gas NO₂ dan SO₂ dalam udara ambient sesuai SNI 7119-2 : 2017 dan SNI 7119-7 : 2017 telah memenuhi syarat keberterimaan, sehingga metode ini dapat diterapkan di laboratorium uji lingkungan Baristand Industri Surabaya.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih ditujukan kepada saudara Hendro Ferdianto, Catur Wulandari dan semua pihak yang telah membantu terlaksananya verifikasi metode uji gas NO₂ dan SO₂ dalam udara ambient sesuai SNI 7119-2 :2017 dan SNI 7119-7 : 2017. Selain itu kami juga mengucapkan terimakasih kepada dewan redaksi majalah sehingga tulisan ini dapat diterbitkan.

DAFTAR PUSTAKA

[1] Huber MT. Energizing historical materialism: Fossil fuels, space and the capitalist mode of production, *Geoforum* 2008;40:105-115.
 [2] inus.ac.id/repository/docs/ajar/Prediksi_Pencemaran_Udara.pdf
 [3] Kurmiawan Agusta. Pengukuran Parameter Kualitas Udara (CO, NO₂, SO₂, O₃ dan PM10) Di Bukit Kototabang Berbasis Ispu. *Jurnal Teknosains*, Vol. 7 No. 1 Desember 2017. Hal 1 – 13
 [4] Peraturan Menteri Lingkungan Hidup No. 12 Tahun 2010 tentang Pelaksanaan Pengendalian Pencemaran Udara di Daerah.

[5] Chou CL. Sulfur in coals: A review of geochemistry and origins, *International Journal of Coal Geology* 2012;100:1-13
 [6] Chaney AM, Cryer DJ, Nicholl EJ, Seakins PW. NO and NO₂ interconversion downwind of two different line source in suburban environments, *Atmospheric Environment* 2001;45:5863-5871.
 [7] Palmgren F, Berkowicz R, Hertel O, Vignati E. Effect of reduction of NO_x on the NO₂ levels in urban streets, *The Science of the Total Environment* 1996;189-190:409-415
 [8] Peraturan Pemerintah No. 41 Tahun 1999 Tentang Pengendalian Pencemaran Udara.
 [9] Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan validasi metoda dan cara perhitungannya, *Majalah Ilmu kefarmasian* Vol 1, hal 119 - 122
 [10] B. Magnusson and U. Ormemark (eds) *Eurachem Guide, The FitnessFor Purpose of Analytical Methods, A Laboratory Guide to Methods Validation, and Related Topics*, second edition, 2014, halaman 16 – 36
 [11] SNI 7119-2 : 2017, Cara Uji Kadar Nitrogen Dioksida (NO₂) Dengan Metode Griess-Saltzman Menggunakan Spektrofotometer, Badan Satandardisasi Nasional, 2017
 [12] SNI 7119-7 : 2017, Cara Uji Kadar Sulfur Dioksida (SO₂) Dengan Metode Pararosanilin Menggunakan Spektrofotometer, Badan Satandardisasi Nasional, 2017
 [13] KEPGUB Jatim No. 10 Tahun 2009, Baku Mutu Udara Ambient

HALAMAN INI DIKOSONGKAN