



Research Articles

## Validasi metode pengujian amonia menggunakan metode uji cepat Hanna HI 96733

Siti Nuraini\*, Hanida Yanti

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Sriwijaya, Sumatera Selatan, Indonesia

Received 8 Desember 2019; Accepted 9 Januari 2020; Published 20 Januari 2020

<p><b>Keyword:</b> Validation; Hanna HI 96733; Ammonia</p>	<p><b>ABSTRACT:</b> Validation of ammonia testing methods using the Hanna HI 96733 rapid test method has been performed. Hanna HI 96733 rapid test method has advantages that cost more economical because using only 2 reagents and more practical, the number of sample volume used relatively little so that the waste produced is also less, the analysis is easier and faster. The validation parameters that are performed are test linearity, Method Detection Level (MDL), precision test and accuracy test, so that the method can be known is valid or not. Ammonia testing with HI 96733 has linearity (<math>r</math>) 0.9993 for concentration range 5 – 50 ppm, MDL of 0.4752 ppm, precision of 5.2505% and accuracy of 100.48%. The rapid test method of Hanna HI 96733 can be used as a method of testing ammonia in LPT FMIPA because it meets all the acceptance limits. @2020 Published by UP2M, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University</p>
<p><b>Kata Kunci:</b> Validasi; Hanna HI 96733; Amonia</p>	<p><b>ABSTRAK:</b> Validasi metode pengujian amonia menggunakan metode uji cepat Hanna HI 96733 telah dilakukan. Metode uji cepat Hanna HI 96733 memiliki kelebihan yaitu biaya lebih ekonomis karena hanya menggunakan 2 pereaksi dan lebih praktis, jumlah volume sampel yang digunakan relatif sedikit sehingga limbah yang dihasilkan juga sedikit, analisa lebih mudah dan cepat. Parameter validasi yang dilakukan adalah uji linearitas, uji limid deteksi metode (MDL), uji presisi dan uji akurasi, sehingga dapat diketahui metode ini adalah valid atau tidak. Pengujian amonia dengan HI 96733 memiliki linearitas (<math>r</math>) 0.9993 untuk rentang konsentrasi 5 – 50 ppm, MDL sebesar 0.4752 ppm, presisi sebesar 5.2505 % dan akurasi 100.48 %. Metode uji cepat Hanna HI 96733 dapat digunakan sebagai metode pengujian amonia di LPT FMIPA karena memenuhi semua batas keberterimaan. @2020 Published by UP2M, Faculty of Mathematics and Natural Sciences, Sriwijaya University</p>

\* Corresponding author.

E-mail address: [nuraini.siti99@gmail.com](mailto:nuraini.siti99@gmail.com)

## 1. PENDAHULUAN

Air merupakan sumber kehidupan, air hampir digunakan pada seluruh kebutuhan dasar dan pekerjaan manusia. Kegiatan rumah tangga dan industri menjadi salah satu penyebab menurunnya kualitas air, akibat limbah yang dihasilkan. Amonia yang berada di perairan dapat menjadi indikasi terjadinya kontaminasi yang berasal dari material organik. Bila air tersebut dikonsumsi oleh masyarakat untuk mandi, cuci dan kakus dapat menimbulkan dampak negatif pada kesehatan masyarakat (1).

Gangguan, kerusakan dan bahaya bagi semua makhluk hidup yang bergantung pada sumber daya air yang tercemar. Amonia dalam perairan pada konsentrasi 1-3 mg/L dapat meracuni ikan dan makhluk air lainnya, konsentrasi 400-700 mg/L akan memberikan efek jangka pendek atau akut yaitu iritasi terhadap saluran pernafasan, hidung, tenggorokan dan mata yang terjadi pada, sedangkan pada 5000 mg/L dapat menimbulkan kematian. (2)

Laboratorium Pengujian Terpadu Fakultas MIPA Universitas Sriwijaya (LPT FMIPA) adalah salah satu laboratorium di Universitas Sriwijaya yang telah terakreditasi oleh Komisi Akreditasi Nasional (KAN) sesuai dengan ISO/IEC 17025 2017. Amonia merupakan salah satu parameter pengujian yang dilakukan di LPT FMIPA. Salah satu metode yang sering digunakan dalam pengujian amonia saat ini adalah Metode Standar Fenat berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) 06-6989.30-2005 dengan menggunakan spektrofotometer Ultraviolet-Visible (UV-VIS) (3). Kelebihan metode ini adalah mempunyai sensitifitas yang tinggi dan dapat digunakan juga untuk analisis amonia dalam matriks air laut. Kelemahannya adalah pereaksi pewarna kompleks kurang stabil sehingga harus dibuat baru setiap analisis, ragam jenis bahan kimia yang digunakan sebagai pereaksi banyak dan mahal, volume sampel banyak, sehingga menghasilkan limbah yang cukup banyak (2).

Seiring berkembangnya kemajuan teknologi, telah banyak dilakukan penelitian untuk penentuan senyawa tertentu dengan menggunakan metode uji cepat. Penentuan amonia dalam sampel cairan dapat ditentukan dengan uji ini, yaitu dengan *ammonia high range test kit method* menggunakan metode uji cepat

Hanna HI 96733. Metode ini diadopsi dari ASTM D1426-92 *Manual Water and Environmental Technology* dengan Metode Nessler. (4) Kelebihan dari metode ini adalah biaya lebih ekonomis karena hanya menggunakan 2 pereaksi dan lebih praktis, jumlah volume sampel yang digunakan relatif sedikit, sehingga limbah yang dihasilkan juga sedikit, analisa lebih mudah dan cepat.

SNI ISO/IEC 17025:2017 butir 7.2.2.1 mempersyaratkan bahwa laboratorium harus memvalidasi metode tidak baku, metode yang dikembangkan laboratorium dan metode baku yang dimodifikasi untuk mengkonfirmasi bahwa metode itu sesuai untuk penggunaan yang dimaksud. (5) Dalam rangka memenuhi persyaratan tersebut pengujian amonia dengan metode uji cepat Hanna HI 96733 harus divalidasi karena merupakan metode standar yang dimodifikasi.

## 2. BAHAN DAN METODE

### 2.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan Hanna HI 96733, labu volumetrik dan pipet volumetrik kelas A, buatan pyrex, Iwaki. Bahan yang digunakan aquabidest steril, pereaksi A HI 93733A-0 (Reagen Nessler), pereaksi B HI 93733B-0 (Reagen amonia) dan larutan standar amonia 1000 mg/L yang tertelusur SRM (Merck).

### 2.2 Prosedur Penelitian

#### 2.2.1 Pengujian Metode Uji Cepat HI 96733

Pengujian menggunakan HI 96733 sesuai dengan instruksi pada manual alat yaitu dipipet 1 ml sampel kemudian masukkan kedalam kuvet, ditambahkan 9 ml reagen B HI 93733B-0, diletakkan kuvet kedalam tempat kuvet kemudian tekan "ZERO/CFM, setelah beberapa saat layar akan menunjukkan "-0,0-".ditambahkan 4 tetes Reagen Nessler HI 93733A-0, kemudian dikocok dan dimasukkan kembali kedalam tempat kuvet, kemudian ditekan dan ditahan "READ" selama 3 detik. Setelah 3 – 30 detik hasil amonia akan tampak pada layar.

#### 2.2.2 Validasi

Metode validasi yang digunakan mengacu pada *Eurachem Guide* (Eurachem) dengan

parameter validasi yang dilakukan meliputi uji linearitas, MDL, presisi dan akurasi

### 3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Parameter validasi yang pertama adalah linearitas. Pada uji linearitas di gunakan 2 rentang

konsentrasi yaitu 0.1 – 5 ppm dan 5 – 50 ppm. Hasil uji linearitas tercantum pada Tabel 1, berdasarkan data dari kedua rentang tersebut, harga r yang dihasilkan pada rentang 5 – 50 ppm yang memenuhi persyaratan.

Tabel 1. Data Linearitas

Rentang Konsentrasi (ppm)	Persamaan Regresi	r	Evaluasi
0.1 – 5	$y = 1.0013x - 0.1461$	0.9895	Tidak memenuhi
5 – 50	$y = 0.9935x - 0.4073$	0.9993	memenuhi

Parameter validasi yang kedua yaitu uji MDL, estimasi MDL ditentukan berdasarkan persyaratan pelanggan atau baku mutu lingkungan atau nilai ambang batas yang di cantumkan dalam peraturan perundang-

undangan. Kadar spike yang di tambahkan di kalikan faktor 1 - 5. (6) Spike sampel yang di tambahkan pada uji MDL ini adalah 1.5 ppm. Hasil uji MDL tercantum pada Tabel 2 berikut.

Tabel 2. Hasil Uji MDL Amonia

Kriteria	Hasil	Syarat Keberterimaan	Keterangan
Rerata kadar spike	1.5571 ppm		
%Relative Standar Deviasi (RSD)	9.7092 %	10.08	$RSD = \frac{SD}{\text{rerata}} \times 100\%$
Rasio Signal to Noise (S/N)	9.72	2.5 – 10	$S/N = \frac{\text{rerata}}{SD}$
MDL	0.4752 ppm	MDL < Kadar spike	MDL = 3.143 x SD
MDL < baku mutu lingkungan	0.4752 ppm	MDL < 0.5 ppm	

Berdasarkan data tersebut, MDL yang diperoleh untuk penentuan amonia metode uji cepat HI 96733 adalah 0.4752 ppm, nilai ini masih dapat diterima untuk pengujian parameter kualitas lingkungan, akan tetapi untuk pengujian dibawah nilai ini perlu dicari lagi metode lain yang mempunyai nilai MDL lebih rendah dari metode ini.

Parameter validasi selanjutnya adalah uji presisi. Dalam uji presisi diukur ketelitian dan keterulangan metode pengujian. Pada uji presisi amonia ini di dilakukan dengan pengukuran larutan standar amonia 2.5 ppm sebanyak 7 kali pengulangan. Hasil uji presisi pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil uji presisi amonia

Kriteria	Hasil	Keterangan
Rerata	2.6286 ppm	
% RSD <sub>Hasil</sub>	5.2505 %	
% RSD <sub>perkiraan</sub> (CV HORWITZ)	13.9388 %	$CV_{\text{HORWITZ}} = 2^{1-0.5\log C}$

Nilai presisi tersebut dapat diterima jika memenuhi Horwitz Rasio (HorRat) (7) dengan persamaan sebagai berikut :

$$\text{HorRat} = \frac{\text{RSD}_{\text{Hasil}}}{\text{RSD}_{\text{Perkiraan}}} \dots\dots\dots(1)$$

Presisi dengan repeatabilitas dapat diterima jika nilai HorRat antara 0.3 – 1.3. Pada uji presisi amonia ini diperoleh nilai HorRat sebesar 0.3767, ini berarti uji presisi metode amonia ini memenuhi.

Uji akurasi merupakan perbandingan antara nilai rerata hasil pengulangan pengujian dengan nilai benar dari bahan acuan bersertifikat yang digunakan (8), nilai yang tercantum dalam *Certificated of Analysis* (CoA) larutan standar ammonium yang tertelusur ke SRM adalah 998 ppm ± 0,4% . Berdasarkan pengolahan data 7 kali pengujian SRM amonia 15 ppm, didapat hasil uji akurasi pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Uji Akurasi Amonia

Kriteria	Hasil	Syarat Keberterimaan	Keterangan
% R	100.48 %	80 – 115 %	$\% R = \frac{\text{nilai terukur}}{\text{nilai target}} \times 100\%$
Rerata	15.1 ppm		
SD	0.4499		
%Trueness	100.68 %		$\% \text{Trueness} = \frac{\text{rerata}}{\text{nilai CRM}} \times 100\%$

Nilai *trueness* tersebut dapat di terima jika memenuhi batas keberterimaa uji-t sebagai berikut :

$$t_{\text{hitung}} = \frac{|C_{\text{CRM}} - C_{\text{Hasil}}|}{\sqrt{U^2_{\text{CRM}} + \frac{SD^2}{n}}} \dots\dots\dots(2)$$

dimana:

- $t_{\text{hitung}}$  = t berdasarkan perhitungan
- $C_{\text{CRM}}$  = kadar *certified reference material* (CRM / SRM)
- $C_{\text{Hasil}}$  = kadar rerata pengujian
- $U_{\text{CRM}}$  = ketidakpastian CRM
- n = jumlah pengulangan pengujian

Dengan menggunakan informasi pada tabel 4 dan informasi pada CoA SRM amonia maka didapatkan nilai  $t_{\text{hitung}}$  sebesar 1.72, hasil  $t_{\text{hitung}}$  tersebut dibandingkan dengan  $t_{\text{tabel}}$  pada *two side test* dengan tingkat kepercayaan 95% maka di peroleh  $t_{\text{tabel}}$  sebesar 2.365. Nilai  $t_{\text{hitung}} < t_{\text{tabel}}$  maka nilai *trueness* metode uji amonia dengan HI 96733 ini di terima.

**4. KESIMPULAN**

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, disimpulkan sebagai berikut:

- a. Validasi metode pengujian amonia menggunakan metode uji cepat Hanna HI 96733 memiliki linearitas (r) sebesar 0.9895 untuk rentang konsentrasi 0.1 – 5 ppm dan 0.9993 untuk rentang konsentrasi 5 – 50 ppm, MDL sebesar 0.4752 ppm, presisi sebesar 5.2505 %, akurasi 100.48 %.
- b. Metode uji cepat Hanna HI 96733 dapat digunakan sebagai metode pengujian amonia di LPT FMIPA karena memenuhi semua batas keberterimaan.

**REFERENSI**

[1] Efektifitas Teknik Biofiltrasi Dengan Media Bio-Ball Terhadap Penurunan Kadar Nitrogen Total. Dewi, Yusriani Sapta and masithoh, Mega. 1, Jakarta : Jurnal Ilmiah Fakultas Teknik Limit's, 2013, Vol. 9.

[2] Pengkajian Metode Analisis Amonia Dalam Air Dengan Metode Salicylate Test Kit. Apriyanti, Dyah, Santi, Vera Indria and Siregar, Yusraini Dian Inayati. 2, s.l. : Ecolab, 2016, Vol. 7.

[3] Nasional, Badan Standarisasi. SNI 06-6989.30-2005 Cara Uji Amonia dengan

- Spektrofotometer Secara Fenat. s.l. : Badan Standarisasi Nasional, 2005.
- [4] Inc, Hanna Instruments. HI 96733C Ammonia High Range ISM. Instruction Manual. USA : s.n., 2012.
- [5] 17025, ISO/IEC. General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories. 2017.
- [6] Anwar Hadi, Teknologi dan Produksi Bersih - Kementerian Lingkungan Hidup. Pedoman Verifikasi Metode Pengujian Parameter Kualitas Lingkungan. s.l. : Kementrian Lingkungan Hidup, 2010.
- [7] Horwitz Equation As Quality Benchmark In ISO/IEC 17025 Testing Laboratory. Carlos, Rivera. Col. Las granjas. chihuahua Mexico : s.n.
- [8] Comparison of a Measurement Result With the Certified Value. Linsinger, Thomas. Belgium : ERM European Reference Material European Communities, 2005.
- [9] Yildirim, Aufer. Certificated of Analysis Ammonium Standard Solution Treaceable to SRM from NIST. s.l. : EMD Milipore Corporation, 2017.
- [10] The Fitness for Purpose of Analytical Methode - A Laboratory Guide to Methode Validation and Related Topics. Magnusson, Bertil and Guide, Ulf Ornemark (eds) Eurachem. s.l. : ISBN 978-91-87461-59-0, 2014.