

PENENTUAN KADAR Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As DAN Hg PADA AIR MINUM DALAM KEMASAN UNTUK UJI PROFISIENSI LABORATORIUM LINGKUNGAN

Endah Damastuti, Muhayatun, Natalia Adventini

Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri, BATAN, Jl. Tamansari No.71, Bandung 40132

ABSTRAK

PENENTUAN KADAR Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As DAN Hg PADA AIR MINUM DALAM KEMASAN UNTUK UJI PROFISIENSI LABORATORIUM LINGKUNGAN. Kualitas air minum harus mendapatkan perhatian utama karena sebagian besar tubuh manusia terdiri dari air, sehingga air yang dikonsumsi haruslah higienis, tidak hanya tidak berasa, berwarna dan berbau, akan tetapi kandungan mikroba ataupun unsur-unsur logam harus memenuhi persyaratan. Pada kegiatan ini dilakukan penentuan kadar Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg dalam air minum kemasan yang dewasa ini banyak dikonsumsi. Unsur – unsur tersebut merupakan unsur logam berat yang dapat bersifat toksik. Pada umumnya kadar unsur-unsur tersebut dalam air minum kemasan sangat rendah sehingga metode analisis yang tepat sangat diperlukan. Pada kegiatan ini, spektrofotometri serapan atom digunakan karena memiliki kemampuan deteksi yang cukup baik yaitu mampu mencapai orde ug/L. Sampel air minum dalam kemasan diperoleh dari Komite Akreditasi Nasional di mana sampel tersebut sudah memiliki nilai acuan. Z-Score yang diperoleh pada sampel air minum kemasan A dan B untuk unsur Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg adalah -0,85 dan -0,93; -0,4 dan 0,4; 2,39 dan 1,71; -0,26 dan -0,35; -0,53 dan -0,53; 0,00 dan 0,00; dan Hg 0,66 dan 0,11 secara berturut-turut. Adapun Z-Score yang diperoleh untuk sampel air minum kemasan C dan D untuk unsur Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg adalah -0,77 dan -0,72; -0,12 dan -0,12; 1,13 dan 1,55; -0,24 dan -0,19; -1,87 dan -1,68; 0,12 dan 0,86; Hg -0,06 dan -0,08 secara berturut-turut. Nilai Z-Score yang diperoleh mayoritas berada dalam rentang – 2 sampai dengan +2, dengan demikian dapat dikatakan bahwa metode yang digunakan dapat menjadi prosedur baku penentuan unsur dalam air minum kemasan,

Kata kunci : spektrofotometri serapan atom, air minum dalam kemasan, Z-score

ABSTRACT

DETERMINATION OF Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As AND Hg IN BOTTLED DRINKING WATER FOR ENVIRONMENTAL LABORATORY PROFICIENCY TEST. The quality of drinking water should get attention because the human body consists of water, therefore drinking water should be hygiene, not only flavourless, colourless and odourless, but also the concentration of microbes and elements must fulfill the requirement. The concentration of Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As and Hg in bottled drinking water, consumed by many people lately, were determined. Those elements are heavy metal that could be toxic at high concentration. The concentration of those elements has low concentration in drinking water, therefore the proper method should be chosen. In this activity, Atomic Absorption Spectrophotometer is being chosen because it has good sensitivity and can detect until ug/L. Bottled drinking water sample were supplied by National Accreditation Body, and already have reference value. Z-Score for bottled drinking water sample A and B for Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As and Hg are -0.85 and -0.93; -0.4 and 0.4; 2.39 and 1.71; -0.26 and -0.35; -0.53 and -0.53; 0.00 and 0.00; 0.66 and 0.11 respectively. Z-Score for bottled drinking water sample C and D for Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As and Hg are -0.77 and -0.72; -0.12 and -0.12; 1.13 and 1.55; -0.24 and -0.19; -1.87 and -1.68; 0.12 and 0.86; -0.06 and -0.08 respectively. Z-Score that obtained from this result mostly are in range -2 until +2, therefore the method used can be a proper procedure to determine elements in bottled drinking water.

Key words: atomic absorption spectrophotometer, bottled drinking water, Z-score.

1. PENDAHULUAN

Sebagian besar dari tubuh manusia terdiri dari air dan manusia sebagai makhluk hidup tentu membutuhkan air untuk kelangsungan hidupnya. Oleh karena itu, kualitas air untuk air minum harus mendapatkan perhatian utama. Air yang digunakan untuk air minum harus memenuhi berbagai persyaratan diantaranya secara fisik, air tidak berwarna, berasa dan berbau. Selain itu, air minum yang dikonsumsi harus higienis dan kandungan mikroba dan unsur logam di dalamnya tidak melewati ambang batas yang diperbolehkan. Unsur logam pada konsentrasi tinggi dapat bersifat toksik, sebaliknya pada konsentrasi yang rendah unsur logam bermanfaat dalam proses metabolisme [1].

Air minum dalam kemasan banyak dikonsumsi akhir-akhir ini karena air minum dalam kemasan juga merupakan sebuah alternatif jawaban akan permasalahan berkurangnya jumlah air bersih yang layak dikonsumsi di dunia ini. Oleh karena itu, penentuan unsur logam dalam air minum kemasan layak menjadi perhatian dalam rangka menjaga kualitas air minum dalam kemasan. Seperti diketahui, air minum dalam kemasan diperoleh dari berbagai proses pengolahan yang mungkin saja dalam konstruksi pengolahan tersebut terkandung unsur-unsur logam yang dapat larut dalam air dan meningkatkan kadar unsur logam dalam air minum sehingga dapat bersifat toksik bagi tubuh manusia.

Untuk penentuan unsur Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg pada air minum dalam kemasan digunakan Spektrofotometri serapan atom (SSA). SSA merupakan suatu teknik analisis yang banyak digunakan dan memiliki presisi dan akurasi yang cukup baik serta mampu mendeteksi mencapai orde ug/L. Selain itu analisis dengan SSA tidak membutuhkan biaya yang tinggi. Lingkup kegiatan ini ialah penentuan kadar Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg pada air minum dalam kemasan yang diperoleh dari Komite Akreditasi Nasional (KAN) sebagai bahan uji profisiensi laboratorium lingkungan. Kegiatan ini bertujuan untuk menentukan kadar unsur Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg dalam rangka uji profisiensi laboratorium untuk mengetahui kinerja dan keabsahan hasil uji suatu laboratorium.

2. TEORI

Prinsip dari SSA didasarkan pada absorpsi radiasi oleh atom-atom bebas. Besarnya absorpsi bergantung pada jumlah atom-atom bebas yang

terbentuk dan derajat suhu di mana atom-atom bebas dapat mengabsorpsi radiasi [2]. Untuk mengukur absorpsi oleh atom-atom bebas, terlebih dahulu perlu ditentukan panjang gelombang yang tepat di mana absorpsi dapat terjadi. Absorpsi radiasi oleh atom-atom bebas dapat terjadi bila besar energi radiasi sesuai dengan perbedaan energi antara atom-atom bebas pada keadaan dasar dengan energi atom-atom bebas pada keadaan tereksitasi. Absorpsi oleh atom-atom bebas, seperti absorpsi oleh molekul, memiliki hubungan linear antara absorbansi dengan konsentrasi sampel, yang dikenal sebagai hukum Lambert-Beer,

$$A = - \log T = abc$$

dimana :

A = absorbansi

a = absorptivitas

b = panjang sampel

c = konsentrasi

Spektrofotometri serapan atom itu sendiri memiliki 3 metode, yaitu *flame*, *vapour generation* dan *graphite furnace*. Metode *vapour generation* didasarkan pada pembentukan logam hidrida melalui reaksi sampel dengan natrium borohidrid dan asam klorida. Metode *vapour generation* memiliki sensitivitas yang lebih tinggi daripada SSA-flame dan umumnya digunakan untuk analisis unsur yang mudah menguap.

3. TATA KERJA

3.1. Preparasi Sampel

Sampel air minum dalam kemasan diperoleh dari KAN. Empat sampel air minum dalam kemasan yaitu sampel A, B, C dan D telah memiliki nilai acuan untuk masing-masing unsur yang ditentukan. Sampel air minum dalam kemasan yang diperoleh diperkaya dengan logam Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg dan diawetkan dalam suasana HCl 0,1 M (pH =1). Analisis dilaksanakan dengan mengencerkan sampel 4 kali dengan akuades (konduktivitas maksimum 0,055 mikro-Siemens/cm).

3.2. Pembuatan Standar untuk Unsur Fe, Pb, Mn, Cu dan Cd

Standar yang digunakan untuk unsur Fe,

Pb, dan Cd adalah standar tritisol dari Merck. Standar yang digunakan untuk unsur Mn ialah $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, sedangkan untuk unsur Cu ialah CuO. Standar seri dibuat dari pengenceran secara bertahap standar stok 1, stok 2 dan stok 3. Standar stok 1 untuk unsur Fe, Pb, dan Cd dibuat dengan melarutkan standar tritisol dengan akuades dalam labu 250 ml sehingga diperoleh standar stok 1, 4000 mg/L. Standar stok 1 untuk unsur Mn dan Cu diperoleh dengan menimbang sejumlah $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ dan CuO yang dilarutkan dengan akuades hingga memiliki konsentrasi 4000 mg/L. Standar stok 2, 40 mg/L, diperoleh dari standar stok 1 yang diencerkan 100 kali, yaitu 5 mL larutan standar stok 1 dipipet dan diencerkan dengan aquades dalam labu ukur 100 mL. Standar seri untuk pengukuran unsur Fe, Mn, Pb, Cu dan Cd dibuat dengan rentang konsentrasi 0,2; 0,4; 0,8; 1,6 dan 3,2 mg/L. Larutan standar diasamkan hingga $\text{pH} < 2$.

3.3. Pembuatan standar untuk unsur As dan Hg

Cara pembuatan standar untuk unsur As dan Hg sama seperti sebelumnya, hanya untuk unsur As dan Hg, perlu dibuat standar stok 3, 400 ug/L, yang diperoleh dari standar stok 2 yang diencerkan 100 kali. Standar seri untuk unsur Hg dan As dibuat dalam rentang konsentrasi 4, 8, 16 dan 32 ug/L. Pembuatan larutan standar dilakukan dalam suasana asam ($\text{pH} < 2$). Untuk mendapatkan hubungan linear yang baik antara konsentrasi dengan absorbansi, standar seri sebaiknya dibuat dengan menggunakan pipet seukuran atau pipet mikro dan labu ukur *grade A* yang setipe yang sebelumnya telah dikalibrasi.

3.4. Pengukuran unsur Fe, Mn, Pb, Cu dan Cd dengan SSA-flame

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom model GBC 932 AA. Pengukuran unsur Fe, Mn, Pb, Cu dan Cd menggunakan SSA-flame. *Setting* alat sangat dibutuhkan untuk mengoptimalkan kinerja alat. Posisi lampu dan burner di set sedemikian rupa hingga mendapatkan signal yang optimal. Arus lampu disesuaikan dengan panduan manual dari masing-masing lampu, bila usia lampu sudah menua, arus lampu di set sedemikian rupa untuk mendapatkan signal yang optimal dengan *noise* yang minimal. Penyetelan panjang gelombang dilakukan dengan terlebih dahulu dilakukan *scanning* untuk mengetahui apakah ada pergeseran panjang gelombang optimum. Komposisi *flame* yang digunakan ialah udara-

asetilen. Tekanan udara yang digunakan sekitar 2 kg/cm^2 . Aliran udara dan gas diatur sedemikian rupa hingga diperoleh laju alir sampel berkisar antara 4-5 ml/menit dengan suhu atomisasi berkisar antara 2200 – 2400°C.

3.5. Pengukuran unsur As dan Hg dengan SSA-Vapour Generation.

Untuk pengukuran As dan Hg dalam sampel maupun standar digunakan metode *vapour generation* yang lebih sensitif dan dapat mengukur hingga orde ug/L. Dalam pengukuran unsur Hg dan As diperlukan larutan natrium borohidrid 3 N yang dibuat dengan menimbang sekitar 3 gram NaBH_4 dan menambahkan sekitar 3 butir NaOH pelet yang kemudian dilarutkan dengan aquades dalam labu ukur 250 mL. Pengukuran unsur As, membutuhkan api oksidasi dengan komposisi udara-asetilen dengan suhu atomisasi 2200-2400 °C. Sejumlah KI ditambahkan pada sampel dan standar As untuk menyempurnakan pembentukan atom bebasnya.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada kegiatan ini dilakukan penentuan kadar unsur Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg dari air minum dalam kemasan. Kegiatan ini merupakan suatu uji profisiensi laboratorium penguji yang diadakan oleh KAN. Laboratorium diharapkan berpartisipasi dalam kegiatan ini untuk mengetahui kinerja laboratorium dan menjamin keabsahan data hasil pengujian. Metode yang digunakan dalam kegiatan ini ialah pengukuran secara langsung menggunakan SSA, karena rentang konsentrasi unsur logam tersebut masih berada di atas daerah limit deteksi. SSA dalam beberapa dekade terakhir telah banyak digunakan dalam penentuan unsur dari berbagai macam sampel. Hal ini dikarenakan penggunaan SSA yang mudah, relatif lebih murah, dapat menganalisis hingga 70 unsur dan memiliki kepekaan yang cukup tinggi. Dengan adanya peralatan penunjang lain seperti *vapour generation* dan *graphite furnace*, SSA mampu mengukur hingga mencapai orde ug/L dengan presisi dan akurasi yang cukup baik. Sampel untuk pengukuran dengan SSA harus dalam keadaan cair, jernih dan homogen, walaupun saat ini telah tersedia SSA untuk sampel

padat. Sampel dan standar dibuat dalam keadaan asam untuk menghindari terjadinya hidrolisis. Pada pengukuran, diperlukan larutan blanko standar dan blanko sampel untuk mengoreksi adanya serapan dari matriks larutan blanko. Larutan standar dengan konsentrasi tertentu diperlakukan sebagai sampel dalam pengukuran sebagai koreksi atas ketidak stabilan lampu yang mungkin dapat terjadi.

Beberapa gangguan yang mungkin terjadi dalam pengukuran air dengan SSA antara lain adalah gangguan kimia, yaitu reaksi dengan anion; gangguan matriks yang berakibat pada penurunan sensitivitas; absorpsi non spesifik yang berasal dari partikel-partikel garam dari kesadahan serta gangguan ionisasi [2].

Untuk meningkatkan sensitivitas, *pre-treatment* sampel seperti *preconcentration*, ekstraksi, resin kelat dan berbagai teknik kromatografi perlu dilakukan [3].

Pengukuran dapat dilakukan setelah kurva kalibrasi didapatkan. Baik buruknya kurva kalibrasi menunjukkan kualitas standar seri yang digunakan. Kurva kalibrasi antara konsentrasi dengan absorbansi harus memberikan hubungan yang linear (r mendekati 1). Sampel harus berada di rentang konsentrasi standar tersebut.

Setiap sampel diperlakukan duplo untuk mengetahui presisi hasil dari suatu metode. Tabel

1 menunjukkan hasil pengukuran dari sampel air minum dalam kemasan A. Hasil pengukuran pada sampel air minum kemasan B ditunjukkan pada Tabel 2.

Dari kedua hasil pengukuran baik sample A dan B (Tabel 1 dan 2) dapat dilihat bahwa hasil pengukuran memiliki presisi yang baik dilihat dari perbedaan nilai yang tidak signifikan. Hanya untuk Cd, terdapat perbedaan selisih nilai yang cukup besar. Hal ini disebabkan pengukuran unsur Cd dengan SSA memiliki sensitivitas yang lebih rendah dari unsur-unsur lainnya.

Diketahui bahwa sampel A dan B adalah sampel air minum dalam kemasan yang sama yang memiliki nilai acuan yang sama. Ini biasa terjadi pada uji profisiensi untuk laboratorium penguji. Hal ini dimaksudkan untuk mengetahui kinerja suatu laboratorium dan menjamin keabsahan data hasil pengujian. Perbandingan hasil pengukuran sample A dan B dengan nilai acuan ditunjukkan pada Tabel 3.

Sampel A dan B memperlihatkan hasil pengukuran yang tidak berbeda secara signifikan. Ini menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh memiliki presisi yang cukup baik.

Tabel 1. Hasil pengukuran pada sampel air minum dalam kemasan A

| No | Parameter Uji | Satuan Unit | Hasil 1 | Hasil 2 | Rata-rata |
|----|---------------|-------------|---------|---------|-----------|
| 1 | besi (Fe) | mg/L | 0,26 | 0,26 | 0,26 |
| 2 | mangan (Mn) | mg/L | 0,04 | 0,05 | 0,045 |
| 3 | timbal (Pb) | mg/L | 0,09 | 0,10 | 0,095 |
| 4 | cadmium (Cd) | mg/L | 7,4 | 5,8 | 6,6 |
| 5 | tembaga (Cu) | mg/L | 0,29 | 0,28 | 0,285 |
| 6 | arsen (As) | mg/L | 0,04 | 0,04 | 0,04 |
| 7 | merkuri (Hg) | ug/L | 1,3 | 1,3 | 1,30 |

Tabel 2. Hasil pengukuran pada sampel air minum dalam kemasan B.

| No | Parameter Uji | Satuan Unit | Hasil 1 | Hasil 2 | Rata-rata |
|----|---------------|-------------|---------|---------|-----------|
| 1 | besi (Fe) | mg/L | 0,25 | 0,26 | 0,255 |
| 2 | mangan (Mn) | mg/L | 0,06 | 0,05 | 0,055 |
| 3 | timbal (Pb) | mg/L | 0,08 | 0,09 | 0,085 |
| 4 | cadmium (Cd) | mg/L | 7,4 | 5,8 | 6,6 |
| 5 | tembaga (Cu) | mg/L | 0,28 | 0,28 | 0,28 |
| 6 | arsen (As) | mg/L | 0,04 | 0,04 | 0,04 |
| 7 | merkuri (Hg) | ug/L | 1,0 | 1,1 | 1,05 |

Hasil pengukuran sampel air minum dalam kemasan C diperlihatkan pada Tabel 4, sedangkan Tabel 5 memperlihatkan hasil pengukuran sampel air minum dalam kemasan D. Dari Tabel 4 dan 5, dapat dilihat bahwa hasil yang diperoleh tidak menunjukkan beda yang signifikan, sehingga hasil pengukuran memiliki presisi yang cukup baik untuk setiap parameter uji.

Diketahui bahwa sampel air minum dalam kemasan C dan D merupakan dua sampel yang sama. Tabel 6 menunjukkan perbandingan hasil sampel C dan D dengan nilai acuannya. Dari hasil perbandingan antara sampel C dan D, terlihat bahwa presisi yang baik telah diperoleh. Untuk keakuratan data, hasil pengukuran dibandingkan dengan nilai acuan,

secara statistik dan dilakukan oleh KAN dengan menggunakan nilai *Z-Score*.

Z-Score berada pada rentang +2 hingga -2 menunjukkan bahwa hasil pengukuran yang diperoleh dapat diterima dan memiliki keakuratan yang cukup baik. *Z-Score* berada di rentang lebih besar dari 0 sampai +2 menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh lebih besar dari nilai acuan, sedangkan *Z-Score* pada rentang lebih kecil dari 0 sampai dengan -2 menunjukkan hasil pengujian yang lebih rendah dari nilai acuan.

Tabel 7 menunjukkan nilai *Z-score* pada sampel air minum dalam kemasan A, B, C dan D untuk setiap unsur yang diujikan beserta data kategori laboratorium peserta.

Tabel 3. Perbandingan hasil pengukuran sampel A dan B dengan nilai acuan

| No | Parameter Uji | Satuan Unit | Hasil A | Hasil B | Nilai Acuan |
|----|---------------|-------------|---------|---------|-------------|
| 1 | besi (Fe) | mg/L | 0,26 | 0,255 | 0,31 |
| 2 | mangan (Mn) | mg/L | 0,045 | 0,055 | 0,05 |
| 3 | timbal (Pb) | mg/L | 0,095 | 0,085 | 0,06 |
| 4 | cadmium (Cd) | mg/L | 6,6 | 6,6 | 8 |
| 5 | tembaga (Cu) | mg/L | 0,285 | 0,28 | 0,3 |
| 6 | arsen (As) | mg/L | 0,04 | 0,04 | 0,04 |
| 7 | merkuri (Hg) | ug/L | 1,30 | 1,05 | 1,00 |

Tabel 4. Hasil pengukuran sampel air minum dalam kemasan C

| No | Parameter Uji | Satuan Unit | Hasil 1 | Hasil 2 | Rata-rata |
|----|---------------|-------------|---------|---------|-----------|
| 1 | besi (Fe) | mg/L | 0,52 | 0,52 | 0,520 |
| 2 | mangan (Mn) | mg/L | 0,20 | 0,19 | 0,195 |
| 3 | timbal (Pb) | mg/L | 0,22 | 0,20 | 0,21 |
| 4 | cadmium (Cd) | mg/L | 43,8 | 39,6 | 41,70 |
| 5 | tembaga (Cu) | mg/L | 0,57 | 0,58 | 0,575 |
| 6 | arsen (As) | mg/L | 0,20 | 0,21 | 0,205 |
| 7 | merkuri (Hg) | ug/L | 4,9 | 4,9 | 4,9 |

Tabel 5. Hasil Pengukuran pada sampel air minum dalam kemasan D.

| No | Parameter Uji | Satuan Unit | Hasil 1 | Hasil 2 | Rata-rata |
|----|---------------|-------------|---------|---------|-----------|
| 1 | besi (Fe) | mg/L | 0,52 | 0,53 | 0,525 |
| 2 | mangan (Mn) | mg/L | 0,20 | 0,19 | 0,195 |
| 3 | timbal (Pb) | mg/L | 0,22 | 0,23 | 0,225 |
| 4 | cadmium (Cd) | mg/L | 39,7 | 45,4 | 42,55 |
| 5 | tembaga (Cu) | mg/L | 0,58 | 0,58 | 0,58 |
| 6 | arsen (As) | mg/L | 0,23 | 0,24 | 0,235 |
| 7 | merkuri (Hg) | ug/L | 4,8 | 4,9 | 4,85 |

Tabel 6. Perbandingan hasil pengukuran sampel C dan D dengan nilai acuannya

| No | Parameter Uji | Satuan Unit | Hasil A | Hasil B | Nilai Acuan |
|----|---------------|-------------|---------|---------|-------------|
| 1 | besi (Fe) | mg/L | 0,520 | 0,525 | 0,6 |
| 2 | mangan (Mn) | mg/L | 0,195 | 0,195 | 0,2 |
| 3 | timbal (Pb) | mg/L | 0,21 | 0,225 | 0,17 |
| 4 | cadmium (Cd) | mg/L | 41,70 | 42,55 | 50 |
| 5 | tembaga (Cu) | mg/L | 0,575 | 0,58 | 0,6 |
| 6 | arsen (As) | mg/L | 0,205 | 0,235 | 0,2 |
| 7 | merkuri (Hg) | ug/L | 4,9 | 4,85 | 5 |

Tabel 7. Nilai Z-Score untuk sampel air minum dalam kemasan A, B, C dan D untuk setiap unsur dan data kategori laboratorium peserta

| Hasil Z Score | Fe | Mn | Pb | Cu | Cd | As | Hg |
|------------------------------------|-------|-------|------|-------|-------|------|-------|
| Sampel A | -0,85 | -0,4 | 2,39 | -0,26 | -0,53 | 0 | 0,66 |
| Sampel B | -0,93 | 0,4 | 1,71 | -0,35 | -0,53 | 0 | 0,11 |
| Sampel C | -0,77 | -0,12 | 1,13 | -0,24 | -1,87 | 0,12 | -0,06 |
| Sampel D | -0,72 | -0,12 | 1,55 | -0,19 | -1,68 | 0,86 | -0,08 |
| Jumlah Laboratorium Peserta | | | | | | | |
| Z score < 2 | 34 | 27 | 31 | 40 | 22 | 14 | 4 |
| Diperingatkan | 6 | 6 | 4 | 1 | 5 | 4 | 7 |
| Outlier | 9 | 10 | 7 | 5 | 12 | 9 | 15 |
| Total Laboratorium | 49 | 43 | 42 | 46 | 39 | 27 | 26 |

Untuk unsur Fe, Z-Score yang diperoleh berkisar antara -0,72 hingga -0,93 yang berarti hasil yang diperoleh memiliki akurasi yang cukup baik. Dari 49 laboratorium peserta untuk parameter uji Fe, 34 laboratorium dinyatakan berhasil baik, 6 laboratorium dikategorikan diperingatkan dan 9 kategori dinyatakan *outlier*.

Untuk unsur Mn diperoleh hasil dengan akurasi yang baik dengan rentang Z-score -0,4 hingga +0,4. Untuk konsentrasi yang lebih besar, yaitu pada sampel C dan D, hasil menunjukkan presisi dan akurasi yang lebih baik. Data kategori laboratorium menunjukkan bahwa dari 43 total laboratorium peserta, 27 laboratorium dinyatakan berhasil baik.

Pada unsur Pb, pada umumnya Z-score berada pada nilai lebih dari 1, namun pada sampel A, Z-score bernilai hingga 2,39. Secara keseluruhan, Z-score untuk Pb bernilai lebih besar daripada unsur lainnya, karena karakteristik lampu Pb yang tidak stabil [4]. Data kategori laboratorium menyatakan bahwa 31 laboratorium berhasil baik dari 42 total laboratorium peserta.

Z-score untuk unsur Cu berada di rentang -0,35 sampai dengan -0,19 yang berarti bahwa hasil pengujian yang didapat berada dibawah nilai acuan, tetapi masih memiliki akurasi yang cukup baik. Data kategori laboratorium menyatakan bahwa untuk unsur Cu, banyak laboratorium yang berhasil baik, yaitu 40 laboratorium dari 46 total laboratorium peserta.

Rentang Z-score untuk unsur Cd berkisar antara -0,53 hingga -1,87. Pada sampel A dan B, Z-score menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh memiliki presisi dan akurasi yang baik. Sedang pada sampel C dan D, hasil menunjukkan presisi yang baik dan meskipun Z-score bernilai besar namun masih berada di rentang -2 sampai +2. Pada parameter uji Cd ini, 22 laboratorium peserta berhasil baik dari 35 total laboratorium peserta.

Z-score untuk unsur As menunjukkan hasil yang lebih baik. Z-score bernilai 0,00 menunjukkan bahwa hasil pengujian sama dengan nilai acuannya. Data tersebut juga menunjukkan presisi hasil pengujian yang sangat baik. Untuk sampel C dan D, Z-score

bernilai 0,12 dan 0,86, menunjukkan bahwa hasil pengujian dengan nilai acuan tidak berbeda nyata. Dari 27 laboratorium peserta sekitar 50%, yaitu 14 laboratorium, dinyatakan berhasil baik. Dari hasil ini, maka dapat dikatakan bahwa metode SSA dengan *vapour generation* sangat baik digunakan untuk penentuan unsur As.

Unsur Hg dengan metode SSA – *vapour generation* mampu mendeteksi hingga orde $\mu\text{g/L}$ dengan hasil yang baik. Hal ini ditunjukkan dengan nilai *Z-score* yang berada pada rentang -0,08 hingga 0,66. Unsur Hg adalah unsur yang mudah menguap, dengan konsentrasi yang sangat kecil ($\mu\text{g/L}$) unsur ini sulit ditentukan. Akan tetapi dengan metode SSA-*vapour generation* yang digunakan pada kegiatan ini, kadar unsur Hg dapat ditentukan dengan baik, yang diperkuat dengan data kategori laboratorium yang menyatakan bahwa dari 26 total laboratorium peserta hanya sekitar 20%, yaitu 4 laboratorium, yang dinyatakan berhasil baik.

Dari hasil pengukuran yang diperoleh, dapat dikatakan bahwa laboratorium TAR berada dalam kategori berhasil baik untuk semua parameter uji. Secara umum *Z-Score* untuk semua parameter uji menunjukkan bahwa hasil pengukuran yang diperoleh dapat diterima dan dapat dipercaya keabsahannya. Nilai *Z-Score* yang memenuhi syarat juga menunjukkan akurasi yang cukup baik. Dengan demikian, dapat dikatakan bahwa metode yang digunakan, yaitu pengukuran dengan SSA secara langsung, dalam penentuan kadar unsur pada air minum dalam kemasan memberikan hasil dengan presisi dan akurasi yang baik dan dapat dipercaya kebenarannya. Metode ini dapat dijadikan sebuah prosedur baku untuk penentuan kadar unsur dalam sampel air minum di laboratorium.

5. KESIMPULAN

Penentuan unsur Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As dan Hg pada air minum dalam kemasan telah dilakukan dengan menggunakan metode SSA secara langsung. Metode yang digunakan memberikan hasil dengan presisi dan akurasi yang baik dengan nilai *Z-Score* berada dalam rentang -2 sampai dengan +2. Metode ini dapat menjadi prosedur baku untuk aplikasi penentuan unsur dalam air.

6. DAFTAR PUSTAKA

1. STASYS TAUTKUS, LAURA, S., ROLANDAS, K., Determination of iron in natural and mineral waters by flame atomic absorption spectrometry. *J. Serb. Chem. Soc.* ,69(5) (2004)393-402.
2. JOHN EDWARD CANTLE, Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry – Volume 5, Atomic Absorption Spectrometry, 1st ed., Elsevier Scientific Publishing Company, New York 1982.
3. SUWARDHAN, K., KUMAR, SURESH, et al., Determination of trace element by atomic absorption spectroscopy (AAS) after preconcentration on a support impregnated with coniine dithiocarbamate, India, 15 – 17 December 2003, Environmental Monitoring Section, Dept. of Chemistry, S.V. University. India 562.
4. MARIA CRISTINA P., Diktat Instrumentasi Kimia 1, STTN, Yogyakarta 2006.