

VALIDASI METODE ANALISIS LOGAM PADA LIMBAH RADIOAKTIF CAIR MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM

Ajrieh Setyawan

Pusat Teknologi Limbah Radioaktif-Badan Tenaga Nuklir Nasional
Kawasan PUSPIPTEK Serpong Gedung 50
E-mail: ajrieh@batan.go.id

ABSTRAK

VALIDASI METODE ANALISIS LOGAM PADA LIMBAH RADIOAKTIF CAIR MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM. Telah dilakukan pengujian validasi metode analisis logam pada limbah radioaktif cair. Tujuan dari penentuan metode ini untuk meyakini hasil analisis menggunakan Spektrofotometer serapan atom akurat dan teliti. Tahap penentuan validasi yaitu meliputi : Linieritas, Presisi, Akurasi, LoD-LoQ dan Ketidakpastian pengukuran. Adapun logam yang digunakan dalam analisis meliputi logam Co, Cu, Cd dan Pb. Hasil analisis didapatkan : linieritas koefisien determinasi sebesar 0,997, semua logam didapatkan nilai %RSD < CV Horwitz yang menyatakan presisi, LoD-LoQ dari keempat logam dapat diterima, dan ketidak pastian dengan tingkat kepercayaan 95% dapat diterima. Dari uji validasi metode diperoleh kesimpulan hasil analisis menggunakan Spektrofotometer serapan atom akurat, teliti dan dapat diterima.

Kata kunci : Spektrometri serapan atom (SSA), Validasi, Presisi Akurasi, LoD-LoQ, Ketidak pastian Pengukuran

ABSTRACT

VALIDATION OF ANALYSIS METHOD IN LIQUID RADIOACTIVE WASTE USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROSCOPY. Validation test on the metallic analysis method has been performed on liquid radioactive waste. The purpose of this testing is to assure that the analysis result by using atomic absorber spectrophotometer is good in accuracy and fidelity. Validation determination stages include: Linearity, Precision, Accuracy, LoD-LoQ value and Uncertainty measurement. The metals used as the object in the analysis includes Co, Cu, Cd and Pb. The analysis result shows coefficient of determination equal to 0,997, all metals obtained value% RSD < CV Horwitz which stated precision, LoD-LoQ in acceptable level, and uncertainty with a 95% confidence level is acceptable. The method validation test uses yield analysis using an atomic absorption spectrophotometer that is accurate, thorough and acceptable.

Keywords : SSA, Validation, Precision Accuracy, LoD-LoQ, Measurement Measurement

PENDAHULUAN

Limbah Radioaktif adalah zat radioaktif dan bahan serta peralatan yang telah terkena zat radioaktif atau menjadi radioaktif karena pengoperasian instalasi nuklir yang tidak dapat digunakan lagi. Berdasarkan bentuk fisiknya limbah radioaktif dibagi menjadi bentuk padat, cair, semicair dan gas. Tahapan proses pengelolaan limbah radioaktif didahului dengan kegiatan preparasi dan analisis limbah, instrumen utama dalam analisis limbah logam kation yaitu Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Penetapan logam kation dibutuhkan metode yang akurat dan teliti sehingga perlu dilakukan validasi untuk membuktikan bahwa metode analisis memberikan hasil yang diharapkan.

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut telah memenuhi persyaratan dalam penggunaannya metode validasi merupakan salah satu faktor yang menentukan kebenaran dan kehandalan suatu pengujian. Berdasarkan Standard Internasional ISO/IEC 17025, Edisi kedua tahun 2005 bahwa persyaratan laboratorium pengujian dan kalibrasi harus memenuhi 10 persyaratan teknis yang terdiri dari umum, personal, kondisi akomodasi dan lingkungan, metode pengujian, metode kalibrasi, dan validasi metode, peralatan, ketertelusuran pengukuran, pengambilan sampel, penanganan barang uji, jaminan mutu hasil pengujian. Sehingga, laboratorium harus melakukan metode uji [1]

Nilai parameter suatu produk validasi dari penggunaan sampel yang telah diketahui atau telah dihitung sebelumnya dapat memberikan informasi yang berguna mengenai akurasi, presisi, linieritas, dan karakteristik lainnya untuk kinerja suatu metode yang sampelnya tidak diketahui. Selain itu, validasi dapat digunakan dalam mengidentifikasi suatu sumber variabilitas yang tidak diinginkan. Validasi merupakan konfirmasi dengan cara penyediaan dan pemeriksaan bukti objektif bahwa suatu persyaratan tertentu untuk penggunaan yang dimaksudkan telah terpenuhi. Beberapa parameter yang harus ditentukan dalam validasi metode uji menurut EUROCHEM yaitu presisi, akurasi, LoD (*Limit of Detection*), LoQ (*Limit of Quantitative*), *specificity*, linieritas, *range*, *robustness*, dan *system suitability*. [2] Tujuan akhir dari penelitian dan percobaan ini adalah meyakinkan bahwa hasil analisis logam terlarut menggunakan SSA benar akurat dan teliti.

METODOLOGI

1. Preparasi Sampel

Sampel berupa konsentrat limbah cair radioaktif hasil pemekatan 50 kali dengan evaporator. Karakteristik limbah Konsentrat yaitu berwarna kuning, memiliki endapan berwarna coklat, dan bersifat asam dengan pH sebesar 3,54. 30 mL konsentrat ditambahkan HNO₃ hingga pHnya 2. Kemudian dipanaskan menggunakan *hotplate* hingga volumenya berkurang menjadi ± 20 mL. Larutan disaring menggunakan kertas saring hingga terpisah antara endapan dan filtrat. Filtrat kemudian ditambahkan akuades sampai volume awal (50 mL). Penambahan HNO₃ berfungsi untuk mendetruksi partikel koloid menjadi larutan jernih dengan cara membentuk garam nitrat yang mampu larut dengan air. Larutan jernih digunakan agar proses atomisasi berlangsung optimal karena dalam keadaan koloid dapat menghambat aliran sampel pada pipa kapiler. Sampel diasamkan hingga pH 2 agar logam terionisasi sempurna. Selain itu, di pH yang lebih tinggi logam akan mengendap sehingga sebagian logam tidak terukur secara keseluruhan.

2. Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis dalam memberikan respon proporsional pada konsentrasi analit dalam sampel. Pengujian linieritas dengan cara perlakuan matematik dilakukan melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit. Koefisien korelasi (r) digunakan sebagai parameter linier pada analisis, hubungan linier tergantung $r = +1$ atau $r = -1$ bergantung arah garis. Tanda

positif (+) menunjukkan korelasi positif yang digambarkan dengan arah garis mirip ke arah kanan, sedangkan tanda negatif (-) menunjukkan korelasi negatif yang digambarkan dengan arah garis miring ke arah kiri. Adapun rumus analisis regresi linier sebagai berikut:

$$y = a + bx$$

Keterangan

y : nilai absorbansi

a : Intersep

b : Slope

x : Konsentrasi

Nilai a menunjukkan kepekaan terhadap analisis dari instrumen. Linieritas dapat menunjukkan ketelitian seorang analis dalam mengerjakan suatu analisis metode yang ditunjukkan dengan nilai koefisien determinasi, nilai keberterimaan bahwa garis regresi linier jika nilai koefisien determinasi sebesar $> 0,997$ [3]

3. Batas deteksi

Batas deteksi merupakan jumlah analit terkecil dari analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan blanko. LoD (*Limit of Detection*) merupakan konsentrasi terendah analit dalam sampel yang dapat dideteksi, namun tidak terkuantifikasi dibawah kondisi pengujian yang disepakati. LoQ (*Limit of Quantitative*) merupakan konsentrasi terendah analit dalam sampel yang ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima dibawah kondisi pengujian yang disepakati [4]

Ada 3 cara untuk menentukan batas deteksi [1], yaitu:

a. *Signal to noise*

Pengukuran metode ini dari puncak ke puncak kebisingan disekitar waktu retensi analit diukur, lalu konsentrasi analit yang akan menghasilkan analisis yang sama dengan nilai tertentu dari kebisingan sinyal rasio diperkirakan. Printout kromatogram dan integrator dari instrumen digunakan untuk mengukur besarnya kebisingan. LoD merupakan signal to noise ratio dari 3, sedangkan LoQ merupakan signal to noise ratio dari 10.

b. Penentuan blanko

Metode ini digunakan jika saat analisis blanko memberikan hasil standar deviasi tidak nol. LoD dan LoQ ditunjukkan dalam rumus:

$$\text{LoD} = x + 3 Sb$$

$$\text{LoQ} = x + 10 Sb$$

Keterangan

x : konsentrasi rata-rata blanko

Sb : standar deviasi dari blanko

c. Kurva Kalibrasi

Metode ini dinyatakan dalam model regresi linier yaitu $y = bx + a$. LoD dan LoQ ditunjukkan dalam rumus:

$$\text{LoD} = \frac{3 \times Sa}{b}$$

$$LoQ = \frac{3 \times Sa}{b}$$

Keterangan

Sa : standar deviasi

b : slope (Sensitivitas)

4. Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya yang diterima. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*). Biasanya persyaratan untuk *recovery* tidak boleh lebih dari 5 %. Ada dua cara mendapatkan akurasi, yaitu:

a. Metode simulasi (*spike - placebo recovery*)

Recovery ditentukan dengan cara menambahkan 80 % sampai 120 % dari analit yang diperkirakan kedalam sampel.

b. Metode penambahan standar (*standard addition method*).

Recovery ditentukan dengan cara sampel dianalisis lalu sejumlah analit yang diperiksa (*standar / pure analit*) ditambahkan ke dalam sampel kemudian dianalisis kembali. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya. Jika analit yang ditambahkan mengganggu pengukuran, contohnya menyebabkan kekurangan pereaksi dan mengubah pH, maka metode ini tidak dapat digunakan.

Perhitungan *recovery* ditetapkan dengan rumus:

$$\% \text{ Recovery} = \frac{c_1 - c_2}{c_3} \times 100\%$$

Keterangan

C₁ : Konsentrasi dari analit dalam contoh + analit

C₂ : Konsentrasi dari analit dalam contoh

C₃ : Konsentrasi analit yang ditambahkan kedalam contoh

Berikut tabel tentang kesalahan yang diijinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks sebagai berikut:

Tabel 1. Nilai % *Recovery* Berdasarkan Nilai Konsentrasi Sampel

Analit pada matriks sampel (A)	<i>Recovery</i> yang diterima (%)
10 < A ≤ 100 %	98 – 102
1 < A ≤ 10 %	97 – 103
0,1 < A ≤ 1 %	95 – 105
0,001 < A ≤ 0,1 %	90 – 107
100 ppb < A ≤ 1 ppm	80 – 110
10 ppb < A ≤ 100 ppm	60 – 115
1 ppb < A ≤ 10 ppm	40 – 120

Metode lainnya untuk mengetahui akurasi yaitu metode menggunakan CRM (*Certified Reference Material*). Syarat CRM yang digunakan harus mengandung matriks yang mirip dengan contoh uji yang diperkaya dengan analit dengan kemurnian tinggi. Apabila tidak ada CRM maka dapat

menggunakan bahan yang mirip contoh uji dengan persen recovery ditentukan nilainya dengan rumus:

$$\% Recovery = \frac{\text{konsentrasi yang terukur}}{\text{konsentrasi pada CRM}} \times 100 \%$$

5. Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur secara berulang dari sampel yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif yang dinyatakan sebagai *repeatability* atau *reproducibility* [1]. *Repeatability* merupakan metode yang dilakukan berulang kali oleh analis yang sama, kondisi yang sama dengan waktu interval waktu yang pendek, menunjukkan ukuran keseksamaan metode pada kondisi normal. *Reproducibility* merupakan keseksamaan metode jika dikerjakan oleh analisis berbeda, laboratorium berbeda, namun dilakukan pada sampel-sampel dari batch yang sama. Dalam laboratorium yang sama, *reproducibility* dapat dilakukan dengan menggunakan peralatan, pereaksi, dan analis yang berbeda. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan nilai simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) sebesar 2% atau kurang. Namun, kriteria ini fleksibel tergantung konsentrasi analit yang dianalisis [5]

Tabel 2. Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit [5]

Jumlah komponen terukur dalam sampel (x)	Tingkat presisi (y)
$X \geq 10 \%$	$y \leq 2 \%$
$1 \% \leq x \leq 10 \%$	$y \leq 2 \%$
$0,1 \% \leq x \leq 1 \%$	$y \leq 10 \%$
$x \leq 0,1 \%$	$y \leq 20 \%$

Tabel 3. Tingkat Presisi Berdasarkan Konsentrasi Analit [2]

Konsentrasi	RSD
100 %	1 %
10 %	1,5 %
1 %	2 %
0,1 %	3 %
0,01 %	4 %
10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	6 %
1 $\mu\text{g}/\text{kg}$	7 %
0,1 $\mu\text{g}/\text{kg}$	15 %

Uji Presisi digunakan pada serangkaian pengujian dalam rangka mengetahui kedekatan kesesuaian antara hasil uji yang satu dengan hasil yang lain yang digambarkan dengan presentasi *Relative Standar Deviation* (% RSD). Presisi ditentukan dengan rumus:

$$\% \text{ RSD} = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Keterangan

SD : Standar Deviasi

\bar{X} : Nilai Rata-rata

RSD : *Relative Standard Deviation*

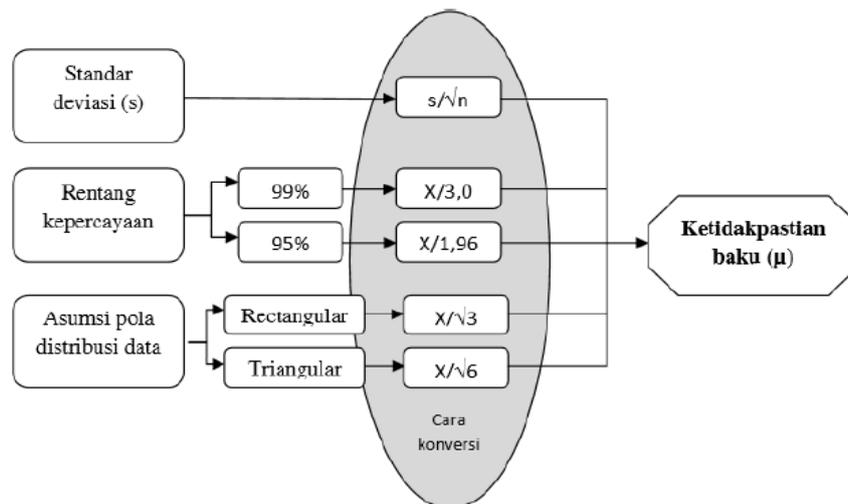
Horwitz, Kamps, dan Boyer pada tahun 1980 menunjukkan bahwa berbagai analit menunjukkan hubungan antar koefisien rata-rata variasi (CV) dinyatakan sebagai kekuatan 2, dengan konsentrasi terukur dinyatakan dengan pangkat 10, independen dari metode yang menentukan.

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

Dimana C adalah konsentrasi analit yang dinyatakan sebagai fraksi massa berdimensi. Fraksi massa berdimensi menunjukkan pembilang dan penyebut memiliki satuan yang sama [1].

6. Estimasi ketidakpastian pengukuran

Estimasi ketidakpastian pengukuran merupakan parameter yang berkaitan dengan hasil pengukuran yang mencirikan penyebaran nilai-nilai yang cukup dan dapat dikaitkan dengan pengukuran. Ketidakpastian pengukuran terdiri banyak komponen seperti standar deviasi dan standar penyimpangan. Diagram tulang ikan menggambarkan parameter sumber-sumber kesalahan yang digunakan untuk perhitungan nilai ketidakpastian pengukuran.



Gambar 1. Perhitungan Nilai Ketidakpastian dari Sumber Kesalahan [1]

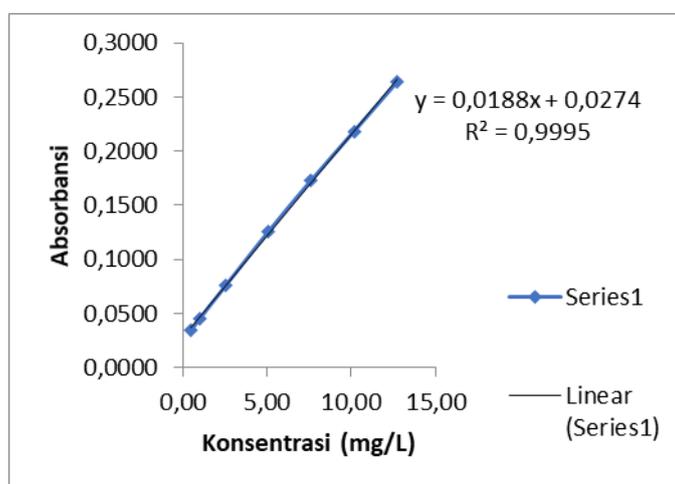
HASIL DAN PEMBAHASAN

Validasi Metode

Validasi metode uji logam Tembaga (Cu), Cobalt (Co), Cadmium (Cd) dan Timbal (Pb) pada penelitian ini menggunakan parameter linieritas, LOD dan LOQ, presisi, akurasi, dan nilai ketidakpastian pengukuran.

1. Linieritas

Linieritas merupakan hubungan berbanding lurus antara konsentrasi analit dengan respon metode dalam jangkauan kerja. Penentuan linieritas dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi larutan standar untuk logam Co rentang 0,5 – 17,5 mg/l, Cu rentang 1 - 5 mg/l, Cd rentang 0,25 – 1,75 dan Pb rentang 2,5 – 17,5 mg/l. Berikut ini merupakan gambar grafik hubungan antara konsentrasi analit dengan absorbansi yang didapatkan selama pengukuran, sebagai berikut:



Gambar 2. Penentuan Linieritas Logam Pb

Linieritas menunjukkan ketelitian metode analisis jika koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,997. Nilai linieritas yang sempurna ditunjukkan jika nilai koefisien determinasi sebesar 1. Hasil analisis Logam Cobalt (Co), Tembaga (Cu), Cadmium (Cd) dan Timbal (Pb) masing-masing nilai koefisien determinasi (R^2) memiliki nilai sebesar 0,9995, 0,9991, 0,9971, dan 0,9997 yang menunjukkan hubungan yang linier karena $R^2 > 0,9997$. Nilai linieritas ini dipengaruhi beberapa faktor, utamanya adalah analisis.

Nilai slope (gradien) menunjukkan sensitivitas metode, semakin sensitif suatu metode analisis maka nilai koefisien relasi semakin mendekati nilai satu. Pada masing-masing logam Cobalt (Co), Tembaga (Cu), Cadmium (Cd) dan Timbal (Pb) memiliki nilai sebesar 0,0188, 0,0064, 0,2543, dan 0,0087. Agar nilai slope mendekati 1, dapat dilakukan dengan menambah rentang konsentrasi ke yang lebih besar.

Nilai intersep (gradien) menunjukkan sensitivitas analisis dari instrumen. Semakin sensitif instrumen maka nilainya mendekati nol. Pada masing-masing logam Cu, Co, Cd, dan Pb memiliki nilai sebesar 0,0027, 0,0047, 0,5, dan 0,1146.

Nilai linieritas sangat berpengaruh terhadap sensitivitas instrumen, semakin linier maka sensitivitasnya meningkat.

Tabel 4. Penentuan Linieritas

Logam	R ²	a (Slope)	b (Intersep)
Co	0,9995	0,0188	0,0027
Cu	0,9991	0,0064	0,0047
Cd	0,9971	0,2543	0,5
Pb	0,9997	0,0087	0,1146

2. Presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan cara mengukur nilai absorbansi dari duplikat sampel sebanyak 5 – 7 kali pengulangan. Nilai % RSD dan CV Horwitz ditunjukkan pada tabel 4.3, sebagai berikut:

Tabel 5. Penentuan Presisi [2]

Logam	% RSD	Rentang	CV Horwitz
Co	0,0592	3,4240 mg/l ≤ 16 %	-
Cu	2,8946	33,188 mg/l ≤ 3 %	13,3569
Cd	5,0566	0,7283 mg/l ≤ 7 %	16,7821
Pb	3,6353	5,1954 mg/l 6 %	12,5278

Berdasarkan tabel bahwa metode untuk penentuan logam akurat karena %RSD yang didapatkan untuk penentuan logam Cobalt (Co), Tembaga (Cu), Cadmium (Cd), dan Timbal (Pb) memasuki rentang yang diperbolehkan berdasarkan AOAC.

Secara umum, % RSD bernilai lebih dari 2 % menunjukkan presisi yang tidak baik sehingga dapat ditentukan dengan CV Horwitz. Jika nilai % RSD < CV Horwitz, maka menunjukkan sampel presisi. Nilai % RSD logam Cobalt (Co) sebesar 0,0592 %. Nilai % RSD logam Tembaga (Cu) sebesar 2,8946 < 13,3569. Nilai % RSD logam Cadmium (Cd) sebesar 5,0566 < 16,7821. Nilai % RSD logam Timbal (Pb) sebesar 3,6353 < 12,5379. Keempat logam tersebut menunjukkan nilai yang presisi. Ada beberapa faktor yang mempengaruhi nilai dari uji presisi yaitu analisis dan homogenitas sampel.

3. Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan dua metode, yaitu *standar addition method* untuk penentuan logam Cobalt (Co) dan metode menggunakan *Certified Reference Material* untuk Penentuan Logam Tembaga (Cu), Cadmium (Cd), dan Timbal (Pb). Penentuan menggunakan *standar addition method* dilakukan dengan cara menambahkan 0,2 mL larutan Co 1000 mg/L dari padatan $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dengan nilai % *recovery* yang didapatkan sebesar 106,1219. Penentuan menggunakan *Certified Reference Material* dilakukan dengan cara melakukan pengukuran absorbansi masing – masing sebanyak 5 kali pengulangan dengan dengan konsentrasi 3 mg/L pada pengukuran tembaga (Cu), konsentrasi 1 mg/L pada pengukuran Cadmium (Cd), dan konsentrasi 10 mg/L pada pengukuran

Timbal (Pb). Perolehan % Recovery pada masing – masing logam Tembaga (Cu), Cadmium (Cd), dan Timbal (Pb) sebesar 99,5833 %, 95,7923 %, dan 95,8621 %. Nilai % recovery ditunjukkan pada tabel, sebagai berikut:

Tabel 6. Penentuan Akurasi

Logam	% Recovery	%Kadar	Rentang
Co	106,1219	3,4240 mg/l	90 – 107
Cu	99,5833	33,188 mg/l	90 – 107
Cd	95,7923	0,7283 mg/l	80 – 110
Pb	95,8621	5,1954 mg/l	90 – 107

Dari tabel menunjukkan bahwa % Recovery untuk logam Cobalt (Co), Tembaga (Cu), Cadmium (Cd) dan Timbal (Pb) masuk dalam rentang yang diizinkan sehingga disimpulkan bahwa metode ini akurat.

4. LoD dan LoQ

Limit deteksi (LoD) merupakan jumlah analit terkecil yang mampu dideteksi dengan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko pada kondisi yang telah disepakati. Limit kuantitatif merupakan konsentrasi terendah analit yang masih dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi dibawah kondisi yang disepakati. Ada 2 cara dalam menentukan nilai LoD dan LoQ pada suatu metode analisis yaitu dengan penentuan blanko dan kurva kalibrasi. Penentuan blanko dilakukan ketika hasil analisis blanko memberikan hasil standar deviasi tidak nol. Pada penelitian ini blanko memberikan respon nilai tidak nol sehingga dalam perhitungannya menggunakan rumus, sebagai berikut:

$$\text{LoD} = \frac{3 \times Sa}{b}$$
$$\text{LoQ} = \frac{3 \times Sa}{b}$$

Keterangan

Sa : standar deviasi dari blanko

b : slope (Sensitivitas)

Penentuan standar deviasi dilakukan dengan cara mengukur blanko sebanyak 5 kali. Nilai LoD dan LoQ pada masing – masing logam ditunjukkan pada tabel 4.2, sebagai berikut:

Tabel 7. Nilai LOD dan LOQ

Logam	LOD	LOQ	Kadar yang terukur SSA
Co	0,0160	0,0532	3,4240 mg/l
Cu	0,0611	0,2037	3,3188 mg/l
Cd	0,0510	0,1700	0,7283 mg/l
Pb	0,1889	0,6296	5,1954 mg/l

Kadar logam yang terukur dalam sampel nilainya lebih dari limit deteksi sehingga dapat disimpulkan bahwa dalam validasi metode nilai dari LoD dan LoQ dapat diterima.

5. Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian baku pengukuran kadar logam Cobalt (Co), Tembaga (Cu), Cadmium (Cd) dan Timbal (Pb) didasarkan pada faktor-faktor yang dianggap

memberikan kontribusi terhadap nilai ketidakpastian pengukuran. Berikut beberapa faktor ketidakpastian yang dianggap memberikan kontribusi ketidakpastian pada keempat jenis logam, yaitu:

a. Volume

Penyumbang ketidakpastian dari volume berasal dari alat –alat volumetrik yang digunakan dalam pengujian seperti labu ukur, pipet ukur, dan pipet volume. Ketidakpastian baku dari volume diukur dengan menghitung ketidakpastian gabungan antara ketidakpastian asal kalibrasi dan ketidakpastian asal faktor muai. Ketidakpastian asal kalibrasi pipet ukur berdasarkan toleransi volume pada alat yang dibagi dengan distribusi triangular, sedangkan larutan untuk ketidakpastian baku faktor muai didasarkan hasil kali volume titrasi dengan konstanta faktor muai dan selisih suhu yang dibagi dengan distribusi rektanguler.

b. Kemurnian

Ketidakpastian baku yang berasal dari kemurnian ditentukan dengan cara membagi ketidakpastian yang berasal dari kemurnian analit dengan distribusi rektanguler.

c. Kurva Kalibrasi

Ketidakpastian baku yang berasal dari kurva kalibrasi ditentukan dengan cara mengakarkan duakali dari simpangan baku yang berasal dari kurva kalibrasi.

d. Repeatabilitas

Ketidakpastian baku yang berasal dari repeatabilitas ditentukan dengan cara membagikan simpangan baku yang berasal dari nilai pengulangan pengukuran sampel dengan akar jumlah sampel yang diukur.

e. Molekul relatif (Mr)

Ketidakpastian baku massa relatif (Mr) ditentukan dengan menghitung ketidakpastian gabungan dari ketidakpastian masing-masing atom relatif dari atom. Ketidakpastian atom merupakan hasil bagi antara ketidakpastian asal atom relatif dengan distribusi rektanguler.

Cara untuk mendapatkan ketidakpastian pengukuran adalah dengan menghitung ketidakpastian baku masing-masing dari penyumbang ketidakpastian. Adapun penyumbang ketidakpastian baku dalam penelitian ini tertera dalam tabel 7.

Tabel 7. Konversi Ketidakpastian Pengukuran Kadar Cobalt (Co)

Sumber	Nilai x	Satuan	$\mu (x)$	$\mu (x)/x$	% Kadar
Kalibrasi neraca	0,502	G	0,0012 g	0,0023	4,5057
Repeatabilitas	1		0,0223	0,0223	43,6079
Kurva kalibrasi	3,424	mg/l	0,0648 mg/l	0,0189	37,0715
Labu ukur 100 mL	100	ml	0,0731 ml	0,0007	1,4319
Labu ukur 25 mL	25	ml	0,0435 ml	0,0017	3,4084
pipet Volume 50 mL	50	ml	0,0365 ml	0,0007	1,4300
Pipet ukur 10 mL	10	ml	0,0136 ml	0,0014	2,6640
Pipet ukur 1 mL	1	ml	0,003 ml	0,0030	5,8765
massa molekul Co(N03)2.6H2O	291,031	mol/l	0,0006 ml	0,0000	0,0040
$\sum \mu (x)/x$				0,7892	

Penyumbang ketidakpastian terbesar untuk penentuan logam Cobalt (Co) adalah repeatabilitas dengan nilai sebesar 43,6079 % dan kurva kalibrasi sebesar 37,0715 % dari total ketidakpastian baku.

Setelah nilainya terhitung, dihitung ketidakpastian gabungan yang merupakan ketidakpastian gabungan dari beberapa ketidakpastian baku. Nilai ketidakpastian diperluas dengan cara mengkalikan dengan faktor cakupan (k) sebesar 2 pada tingkat kepercayaan 95%. Nilai ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas ditunjukkan dalam table 8 sebagai berikut:

Tabel 8. Nilai Ketidakpastian

Logam	Kadar	Ketidakpastian Gabungan	Ketidakpastian diperluas, a = 95 %
Co	3,4240 mg/l	0,3972 mg/l	0,7944 mg/l
Cu	33,188 mg/l	1,4323 mg/l	2,8647 mg/l
Cd	0,7283 mg/l	0,1271 mg/l	0,2542 mg/l
Pb	5,1954 mg/l	0,4412 mg/l	0,8825 mg/l

Dari tabel diatas dapat disimpulkan nilai dari masing-masing kadar logam dengan nilai ketidakpastian dengan tingkat kepercayaan 95 % sebesar 3,4240 ± 0,7944 mg/l untuk logam Cobalt Co, 33,188 ± 2,8647 mg/l untuk logam Tembaga (Cu), 0,7283 ± 0,2542 mg/l untuk logam Cadmium, dan 5,1954 ± 0,8825 mg/l.

KESIMPULAN

1. Analisis logam pada limbah radioaktif cair meliputi: Linieritas, Presisi, Akurasi, penentuan LoD-LoQ dan Ketidakpastian pengukuran.
2. Hasil penentuan validasi analisis logam pada limbah radioaktif cair menggunakan SSA dapat diyakini akurat dan teliti.

DAFTAR PUSTAKA

1. Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Yogyakarta: Deepublish.
2. AOAC, 2002, *Guidelines For Single Laboratory Validation Of Chemical Methods or Dietary Supplements and Botanical*, United States of America : AOAC International.
3. Chan, C. C., H.L.Y. dan X zhang, 2004, *Analytical Method Validation and Instrumental Performance Verification*, Wiley Interscience A. John Willy and Sons Inc Publication.
4. Kantasubrata, J., 2008, *Validasi Metode*, Bandung: Pusat Penelitian LIPI.
5. APVMA, 2004, *Guidelines For The Validation of Analytical Methods For Active Constituent, Agricultural and Veterinary Chemical Product*, Australia : Kingston APVMA.
6. Basset, J., Dwnney, R.C., Jeffery, G.H dan Mendhem, J. 1994, *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik Edisi ke 4*, Terjemahan Hadayana Pudjaatmaka, Jakarta: EGC.