

Validasi Metode Penetapan Kadar Au, Ag, Cu dalam Sampel Karbon Aktif

Andika Putri Ratnasari¹, Erlinda Ningsih²
Institut Teknologi Adhi Tama Surabaya
e-mail: andikap538@gmail.com, erlindaningsih84@itats.ac.id²

ABSTRACT

Laboratory is a place which produces some valid value as outputs. In order to obtain a valid value, a method used in the laboratory must be validated first. Validation is usually conducted when the method runs its first used in the laboratory or somehow there is a latest modification to some prior validated methods. The purpose of this validation is to find out whether the initial method used is significantly different from the modified method or not. The modification made to this method is conducted during the preparation stage when the carbon sample are not pulverized before being ashed unlike the unmodified method. The experimental method used in validating the method for determining the levels of Au, Ag, Cu in activated carbon samples consists of 3 stages, namely the preparation stage, the measurement stage, and the data processing stage. The result of the analysis shows that the method for determining the levels of Au, Ag, Cu with or without pulverization process is not significantly different or equal to the 95% probability level. Thus, the method can be used for routine or daily analysis in the PT X Laboratory.

Keywords: Validation, method, content, sample, activated carbon

ABSTRAK

Laboratorium merupakan suatu tempat yang menghasilkan keluaran atau output berupa nilai yang valid. Untuk memperoleh nilai yang valid, suatu metode yang digunakan di Laboratorium harus tervalidasi terlebih dahulu. Validasi biasa dilakukan ketika metode pertama kali digunakan di Laboratorium atau terdapat modifikasi pada metode yang telah tervalidasi. Tujuan dari validasi ini yaitu untuk mengetahui metode awal yang digunakan berbeda nyata atau tidak berbeda nyata dengan metode yang dimodifikasi. Modifikasi yang dilakukan pada metode ini yaitu pada tahap preparasi yang seharusnya sampel activity carbon dihaluskan (pulverized) sebelum pengabuan akan tetapi tidak dihaluskan (tanpa pulverized). Metode percobaan pada validasi metode penetapan kadar Au, Ag, Cu dalam sampel karbon aktif terdiri dari 3 tahap yaitu tahap preparasi, tahap pengukuran, dan tahap pengolahan data. Hasil Analisa menunjukkan bahwa metode penetapan kadar Au, Ag, Cu dengan pulverized atau tanpa pulverized tidak berbeda nyata atau sama dengan tingkat Probabilitas 95%. Dengan demikian, metode tersebut dapat digunakan untuk analisis rutin di Laboratorium PT X.

Kata kunci: Validasi, metode, kadar, sampel, karbon aktif

PENDAHULUAN

Validasi metode adalah tindakan evaluasi untuk menunjukkan bahwa metode yang digunakan memenuhi persyaratan untuk menghasilkan data yang valid untuk penggunaannya. Hal ini untuk memastikan bahwa metode analitik dapat digunakan untuk penggunaan yang dimaksudkan.

Hal pertama yang dilakukan ketika akan menetapkan nilai dari suatu sampel yang dikerjakan yaitu dengan memastikan bahwa metode yang digunakan sudah tervalidasi ataupun terverifikasi pada laboratorium tersebut [1]. Validasi perlu dilakukan ketika terdapat modifikasi atau tahap awal penerapan metode tersebut di laboratorium. Akan tetapi, ketika terdapat perubahan pada prosedur yang telah tervalidasi atau terverifikasi, Laboratorium dapat membandingkan antara metode awal yang tervalidasi dengan metode yang dimodifikasi terdapat perubahan yang berbeda nyata atau tidak terhadap hasil yang dihasilkan. Parameter yang dikerjakan untuk melihat metode tersebut berbeda nyata atau tidak dengan metode sebelumnya, yaitu dengan uji-t untuk membandingkan dua kumpulan data. Untuk menghasilkan data yang akurat dan valid maka perlu dilakukan validasi metode analisis. Validasi metode analisis dilakukan dengan pendekatan statistik, untuk mendapatkan hipotesa yang akurat dan dapat mendekati data analisis eksperimen

TINJAUAN PUSTAKA

Karbon Aktif

Karbon aktif adalah senyawa amorf karbon atau bahan berkarbon yang telah diperlakukan secara khusus untuk mencapai kapasitas adsorpsi yang tinggi. Seringkali bahan yang dapat diserap termasuk gas dan senyawa kimia tertentu atau sifat penyerapan selektif yang dipengaruhi oleh ukuran atau volume pori dan luas permukaan. Kemampuan penyerapan karbon aktif sangat tinggi yaitu 25-1000% karbon aktif[2], [3]. Beberapa jenis biomass dapat dijadikan bahan karbon seperti serbuk gergaji, tempurung kelapa, sekam padi, tulang hewan dan lain-lain. Proses yang dilakukan umumnya biomass tersebut dikarbonisasi dengan menggunakan panas tinggi kemudian diaktivasi dengan bahan kimia.

Validasi metoda analisis

Validasi metode analitik berarti evaluasi parameter tertentu berdasarkan uji laboratorium untuk menunjukkan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan penggunaan. Beberapa parameter analitik yang perlu dipertimbangkan saat memvalidasi metode analitik adalah[4]:

1. Presisi adalah ukuran seberapa dekat hasil analisis dengan konsentrasi analit sebenarnya.
2. Presisi adalah ukuran tingkat kesesuaian antara hasil tes individu, diukur sebagai dispersi setiap hasil dari rata-rata ketika metode diterapkan berulang kali pada sampel yang diambil dari campuran homogen.
3. Selektivitas (spesifisitas) merupakan kemampuan yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel.
4. Linieritas dan jangkauan adalah kemampuan metode analisis yang memberikan jawaban langsung atau sebanding dengan konsentrasi analit dalam sampel melalui transformasi matematis yang baik.
5. Batas deteksi dan batas kuantifikasi adalah jumlah analit terkecil yang dapat dideteksi dalam suatu sampel yang masih memberikan reaksi yang nyata dibandingkan dengan sampel blanko.
6. Kekasaran adalah tingkat kemiripan hasil pengujian yang diperoleh dengan menganalisis sampel yang sama pada kondisi pengujian normal yang berbeda.
7. Kekokohan: Untuk memvalidasi kekokohan metode, perubahan kecil dan terus-menerus pada metode harus dilakukan dan respons analitis serta dampak akurasi dan presisi harus dievaluasi.

Uji-t

Anggaplah suatu sampel dianalisis dengan dua metode yang berbeda, dimana setiap metode diulang beberapa kali, dan nilai rata-rata yang didapat ternyata berbeda[5], [6]. Statistik, tentu saja tidak dapat mengatakan nilai mana yang benar, namun ada satu pertanyaan penting dalam kasus manapun, yaitu apakah perbedaan antara kedua nilai signifikan? ini dimungkinkan dengan adanya pengaruh dari fluktuasi acak sehingga didapat dua nilai yang berbeda dari dua metode, namun biasanya salah satu atau bahkan semua metode memiliki galat pasti. Ada sebuah tes, menggunakan t-student yang akan menyatakan apakah berguna untuk mencari penyebab yang pasti dari perbedaan antara kedua rata-rata tersebut.

Pendekatan statistik untuk masalah ini adalah dengan hipotesis nol. Hipotesis ini menyatakan, dalam contoh ini bahwa kedua rata-rata tersebut adalah identik. Tes t memberikan jawaban ya atau tidak terhadap pembenaran dari hipotesis nol dengan keyakinan yang pasti, seperti 95% atau bahkan 99%. Prosedurnya sebagai berikut:

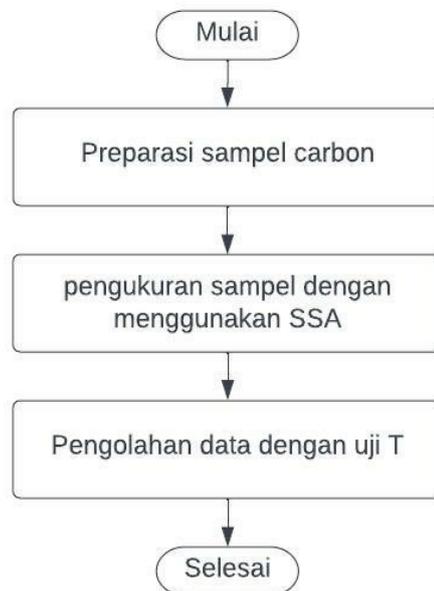
- Anggaplah sebuah sampel telah dianalisis dengan dua metode yang berbeda menghasilkan rata-rata x_1 dan x_2 serta deviasi standar s_1 dan s_2 , n_1 dan n_2 (jumlah dari observasi individu yang didapat dari kedua metode)[7], [8]. Langkah pertama adalah untuk menghitung nilai-t dengan menggunakan rumus

$$t = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{s} \sqrt{\frac{n_1 n_2}{n_1 + n_2}}$$

Prosedur ini mengasumsikan bahwa s_1 dan s_2 adalah sama.

METODE

Metode percobaan pada validasi metode penetapan kadar Au, Ag, Cu dalam sampel karbon aktif terdiri dari 3 tahap: tahap preparasi, tahap pengukuran, dan tahap pengolahan data. Pada tahap preparasi meliputi preparasi sampel carbon di preparation area, pembuatan larutan deret standar, pengashingan sampel carbon aktif dan destruksi basah. Pada tahap pengukuran dilakukan dengan mengukur absorbansi pada setiap larutan yang akan dianalisis dengan menggunakan SSA pada Panjang gelombang Au=242,8 nm, Ag= 328,1 nm, Cu= 324,8 nm. Pada tahap pengolahan data dilakukan dengan mengolah data secara statistik untuk menentukan Uji-t dengan membandingkan dua kumpulan data.



Gambar 1. Tahapan dalam Proses Validasi Metode Penetapan Kadar Au, Ag, Cu dalam Sampel Karbon Aktif.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil percobaan dan pengolahan data, maka diperoleh hasil dengan membandingkan sekumpulan data baik parameter Au, Ag, dan Cu secara pulverized atau tanpa pulverized dengan menggunakan SSA. Kemudian hasil tersebut dibandingkan antara hasil pulverized dan tanpa pulverized.

Dalam membandingkan 2 kumpulan data terdapat hipotesa awal atau H_0 yaitu hasil kedua metode sama atau tidak berbeda nyata dan H_1 yaitu hasil kedua metode berbeda secara nyata. Diterimanya H_0 ataupun H_1 dapat ditentukan dengan melihat perbandingan nilai dari t-hitung dan t-tabel. Hasil yang diperoleh lebih besar ataupun lebih kecil daripada t-tabel.

Berdasarkan nilai t-tabel untuk nilai alfa untuk uji dua pihak (*two tail test*) dengan tingkat .bebas 46 yaitu sebesar 2,021. Nilai t-hitung > t-tabel berarti H_0 ditolak dan H_1 diterima, atau hasil kedua metode tersebut berbeda nyata.

Sedangkan ketika t-hitung < t-tabel maka H_0 diterima, sedangkan H_1 ditolak yang berarti kedua metode tersebut sama atau tidak berbeda nyata.

Tabel 1. Hasil Analisa terhadap Sampel

TC - P				TC - NP			
ID Sample	Konsentrasi (ppm)			ID Sample	Konsentrasi (ppm)		
	Au	Ag	Cu		Au	Ag	Cu
TC - P Rep 1	64	496	150	TC - NP Rep 1	65	530	1290
TC - P Rep 2	78	475	1138	TC - NP Rep 2	75	578	1150
TC - P Rep 3	69	530	1280	TC - NP Rep 3	78	481	1270
TC - P Rep 4	68	578	1155	TC - NP Rep 4	65	465	1153
TC - P Rep 5	68	495	1300	TC - NP Rep 5	78	592	1280
TC - P Rep 6	76	524	1148	TC - NP Rep 6	76	607	1141
TC - P Rep 7	71	576	1324	TC - NP Rep 7	62	487	1308
TC - P Rep 8	70	594	1171	TC - NP Rep 8	67	502	1161
TC - P Rep 9	79	540	1290	TC - NP Rep 9	64	580	1250
TC - P Rep 10	78	518	1153	TC - NP Rep 10	83	590	1170
TC - P Rep 11	70	570	1250	TC - NP Rep 11	68	495	1250
TC - P Rep 12	75	590	1180	TC - NP Rep 12	63	475	1155
TC - P Rep 13	72	536	1304	TC - NP Rep 13	60	596	1288
TC - P Rep 14	80	478	1189	TC - NP Rep 14	80	609	1191
TC - P Rep 15	75	560	1296	TC - NP Rep 15	64	471	1332
TC - P Rep 16	79	611	1205	TC - NP Rep 16	77	481	1208
TC - P Rep 17	80	478	1159	TC - NP Rep 17	70	610	1163
TC - P Rep 18	77	490	1175	TC - NP Rep 18	80	630	1155
TC - P Rep 19	81	488	1181	TC - NP Rep 19	65	484	1199
TC - P Rep 20	75	575	1155	TC - NP Rep 20	68	505	1185
TC - P Rep 21	65	490	1209	TC - NP Rep 21	61	601	1204
TC - P Rep 22	67	511	1194	TC - NP Rep 22	70	591	1181
TC - P Rep 23	68	498	1211	TC - NP Rep 23	63	474	1197
TC - P Rep 24	66	599	1185	TC - NP Rep 24	65	519	1190
Rata-Rata	73	533	1167		69	540	1211
SD	5,38	44,31	224,16		6,98	57,87	57,15
n	24	24	24		24	24	24

Tabel 2. Perhitungan Uji-t

	Au	Ag	Cu
(n1+n2)	46	46	46
n1-1	23	23	23
n2-1	23	23	23
s1 ²	28,932	1963,557	50249,629
s2 ²	48,746	3349,191	3265,978
x1-x2	3	-6	-45
1/n1	0,042	0,042	0,042
1/n2	0,042	0,042	0,042
	1786,600	122193,200	1230858,948
s	6,232	51,540	163,578
t hitung	1,920	0,430	0,944
t table	2,021		
p	0,05		
Hasil	TBN	TBN	TBN

Keterangan :
 P : Pulverized
 NP : Not Pulverized
 TBN : Tidak Berbeda Nyata

$$s = \sqrt{\frac{(n_1 - 1)S_1^2 + (n_2 - 1)S_2^2}{n_1 + n_2 - 2}}$$

Dan derajat bebas = n1 + n2 - 2

$$t = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{s \sqrt{\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}}}$$

Berdasarkan data perhitungan pada Tabel 2 dapat diperoleh dengan menghitung s (standar deviasi gabungan) dari kumpulan data tersebut. Untuk nilai s untuk logam Au, Ag, dan Cu secara berurutan yaitu 6,232; 51,540; dan 163,578. Kemudian berdasarkan hasil perhitungan diperoleh untuk t-hitung secara berurutan dari Au, Ag, dan Cu yaitu 1,920 ; 0,430 ; dan 0,944. Hal ini berarti pada logam Au nilai t-hitung yaitu 1,920 lebih kecil daripada nilai tabel yaitu 2,021. Logam Ag nilai t-hitung sebesar 0,430 lebih kecil

daripada nilai t-tabel yaitu 2,021. Logam Cu nilai t-hitung sebesar 0,944 lebih kecil daripada nilai t-tabel yaitu 2,021. Secara keseluruhan baik untuk logam Au, Ag, dan Cu t-hitung yang diperoleh lebih kecil daripada nilai t dengan probabilitas 95% (0,05), sehingga kedua metode tersebut baik dengan pulverized atau tanpa pulverized sama atau tidak berbeda nyata.

Modifikasi pada salah satu prosesnya yaitu dengan tanpa pulverized tidak menghasilkan perubahan nyata. Hal ini dikarenakan baik pulverized atau tanpa pulverized pada tahapan proses pengerjaan yaitu preparasi pada section lab terdapat satu proses dimana sampel carbon tersebut diabukan pada suhu 650°C selama 4 jam. Proses ini merupakan proses pengabuan, yang bertujuan untuk menentukan kandungan oksida logam dalam karbon aktif, oksida logam dalam karbon tersebut yang terdiri dari mineral yang tidak menguap (non volatile) pada saat karbonasi. Akan tetapi untuk kadar abu sendiri tidak dianalisa sesuai dengan prosedur dari Lab. Sehingga baik sampel awal tersebut yang berupa karbon aktif baik di pulverized terlebih dahulu ataupun tidak dipulverized tidak akan memberikan perbedaan pada hasil analisa, karena ketika pengabuan selesai untuk penampakan secara fisik dari kedua sampel tersebut tidak memiliki perbedaan juga.

KESIMPULAN

Metode penetapan kadar Au, Ag, Cu dengan pulverized atau tanpa pulverized tidak berbeda nyata atau samadengan tingkat Probabilitas 95%. Dengan demikian, metode tersebut dapat digunakan untuk analisis rutin diLaboratorium PT X.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] N. Fanani and E. Ningsih, "Analisis Kualitas Minyak Goreng Habis Pakai yang Digunakan oleh Pedagang Penyetan di Daerah Rungkut Surabaya ditinjau dari Kadar Air dan Kadar Asam Lemak Bebas (ALB)," *J. IPTEK*, pp. 51 – 58, 2018, doi: 10.31284/j.iptek.2018.v22i2.
- [2] A. Budianto, E. Kusdarini, S. S. W. Effendi, and M. Aziz, "The Production of Activated Carbon from Indonesian Mangrove Charcoal," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 462, no. 1, pp. 4–11, 2019, doi: 10.1088/1757-899X/462/1/012006.
- [3] A. Budianto, E. Kusdarini, N. H. Amrullah, E. Ningsih, K. Udyani, and A. Aidawiyah, "Physics and chemical activation to produce activated carbon from empty palm oil bunches waste," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 1010, no. 1, 2021, doi: 10.1088/1757-899X/1010/1/012016.
- [4] Harmita, "Petunjuk Pelaksanaan Validasi dan Cara Penggunaannya," *Maj. Ilmu Kefarmasian*, vol. 1, no. 3, p. 117, 2004.
- [5] E. Ningsih, A. Budianto, S. Suparto, B. D. Susanto, and A. M. Syahrie, "Analisis Yield Bahan Bakar Cair pada Pirolisis Ban Luar Sepeda Motor dengan Katalis Alumina dengan Pendekatan Anova," pp. 219–224, 2021.
- [6] J. Fajrin *et al.*, "Aplikasi Metode Analysis of Variance (Anova) Untuk Mengkaji Pengaruh," *J. Energi Dan Manufaktur*, vol. 6, no. 2, pp. 11–23, 2016.
- [7] A. Fitrayudha¹⁾ and Jauhar Fajrin²⁾ & Buan Anshari³⁾, "Analisis Sifat Mekanis Komposit Polyester Sisal Menggunakan Metode Anova," vol. 14, no. 7, pp. 2817–2824, 2020, [Online]. Available: <http://ejurnal.binawakya.or.id/index.php/MBI/article/view/489/pdf>.
- [8] H. Toutenburg, *Mathematical statistics with applications, 4th edition*, vol. 13, no. 1. 1992.