



Method validation of Pb metal analysis in laboratory waste on phytoremediation of water hyacinth (*eichornia crassipes*) with UV-Vis spectrophotometry

Lina Malina^{1,*}, Yayan Kamelia²

¹Biomedical Science, Lambung Mangkurat University, Banjarbaru 70714, Indonesia

²Chemical Engineering Department, Lambung Mangkurat University, Banjarbaru 70714, Indonesia

ARTICLE INFO	ABSTRACT
<p><i>Article history:</i> Received: 4 Agustus 2022 Received in revised form: 18 September 2023 Accepted: 17 October 2023</p>	<p>Along with the rapid development of the times, the need for energy is also increasing. Fossil energy in Indonesia reaches 95% of Indonesia's energy needs. For this reason, it is necessary to find a solution to overcome this, one of which is using renewable energy which must also be environmentally friendly. One alternative energy that has been discovered and is still being developed is biofuel. One of the raw materials that can be used for the production of biofuels is the microalgae <i>Nannochloropsis</i> sp. This study aimed to determine the effect of operating time on %yield and FFA of the biofuel produced and the effect of loading catalyst on %yield and FFA of the resulting biofuel. The highest %yield of crude and the lowest FFA were found at a reaction time of 3 hours and a catalyst loading of 0,45 %wt of 47,981 and 0,064 and the lowest %yield of crude and the highest FFA were at a reaction time of 1 hour with a catalyst loading of 0,4 %wt of 25,730% and 0,133.</p>
<p><i>Keywords:</i> Water hyacinth, phytoremediation, UV-Vis spectrophotometry, Pb</p>	

1. Pendahuluan

Limbah laboratorium berasal dari buangan hasil reaksi-reaksi berbagai larutan kimia dalam suatu eksperimen kegiatan laboratorium. Limbah laboratorium mengandung jenis senyawa-senyawa organik dan logam. Hal ini akan berdampak pada lingkungan jika dibuang langsung tanpa proses pengolahan limbah terlebih dahulu.

Beberapa metode yang dapat digunakan untuk menurunkan konsentrasi ion logam dalam limbah cair diantaranya adalah pengendapan, penukar ion dengan menggunakan resin, filtrasi dan adsorpsi. Adsorpsi merupakan metode yang paling umum dipakai karena memiliki konsep yang lebih sederhana dan juga ekonomis. Proses adsorpsi yang paling berperan adalah adsorben. Eceng gondok merupakan salah satu tumbuhan yang dapat mengikat ion logam. Penggunaan biomassa eceng gondok, selain murah merupakan metode yang efektif dalam mengikat ion logam berat, baik anionik maupun kationik, bahkan pada konsentrasi ion logam yang sangat rendah. Selain itu biomassa merupakan bahan yang bersifat biodegradabel sehingga ramah lingkungan. Eceng gondok dikenal sebagai tumbuhan gulma air yang pertumbuhannya sangat cepat. Tidak heran kalau saat ini eceng gondok sangat melimpah dan hampir menutup permukaan air baik itu di pesisir sungai danau ataupun rawa. Penanganan terhadap eceng gondok ini masih minim cara penanggulangannya.

Berkaitan dengan hal tersebut di atas, perlu kiranya untuk menggunakan eceng gondok sebagai adsorpsi logam timbal (Pb). Hal ini penting dilakukan untuk memanfaatkan eceng gondok dan dapat menghilangkan pencemaran logam berat yang sangat membahayakan makhluk hidup.

Salah satu cara pengolahan limbah adalah dengan cara fitoremediasi. Fitoremediasi merupakan suatu proses untuk menghilangkan, menyerap dan mengubah kontaminan berbahaya seperti logam berat dengan menggunakan media tanaman hijau. Teknologi fitoremediasi dapat menangani pencemaran logam berat [1-3].

Berdasarkan Standar Nasional Indonesia SNI 8910-2021, cara uji kadar logam pada limbah, sedimen dan tanah dengan metode dekstruksi asam menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)-Nyala atau Inductively Coupled Plasma Optional Emission Spectrometric (ICP-OES).

Metode analisis logam Pb, Cd, Cr, Cu, Ni, Co, Fe, Mn dan Ba pada air dapat menggunakan *inductively coupled Plasma-optical emission spectrometer* [4, 5]. Identifikasi Pencemaran Logam Berat Timbal (Pb) dan Seng (Zn) di Air Permukaan dan Sedimen Waduk digunakan metode ICP [6].

Penyerapan ion logam Cu secara fitoremediasi dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) [7]. Analisis logam berat dalam tiram dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom untuk analisis logam berat dalam tiram [8].

Penggunaan metode SSA dan ICP OES sudah tervalidasi namun keberadaannya di lingkungan laboratorium skala pendidikan masih sangat minim dan terbatas, oleh karena itu diperlukan alternatif lain yang dapat digunakan untuk analisis logam berat. Spektrofotometri UV-Vis menjadi salah satu alternatif untuk analisis logam Pb karena Spektrofotometri UV-Vis umumnya mudah digunakan dan banyak terdapat di laboratorium. Metode ini digunakan untuk memperoleh hasil yang efektif dan efisien. Dibandingkan dengan alat SSA dan ICP yang cukup mahal dan jarang dimiliki oleh laboratorium.

Tujuan penelitian ini untuk memvalidasi metode analisis logam Pb dalam limbah laboratorium pada fitoremediasi eceng gondok dengan menggunakan metode Spektrofotometri UV-Vis dan dapat diaplikasikan untuk penelitian selanjutnya dalam proses pengolahan limbah yang ramah lingkungan dengan

* Corresponding author.

Email: lina.malina@ulm.ac.id

<http://dx.doi.org/10.20527/k.v12i2.17051>



metode analisis yang efektif dan efisien.

Data pembandingan validasi menggunakan metode ICP menyebutkan persamaan garis yang diperoleh dari kurva larutan standar Pb yaitu $y=2158,042x+59,463$ dengan nilai korelasi (r) sebesar 0,999 [5]. Nilai korelasi yang dihasilkan memasuki rentang yang telah ditetapkan yaitu $\geq 0,99$ mendekati 1, yang menunjukkan bahwa kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki hubungan variabel yang sangat kuat antara konsentrasi analit dalam larutan standar dengan intensitas. Presisi *low range* dan *high range* yaitu 2,71% dan 7,20%; akurasi *low range* dan *high range* yaitu 100,74% dan 104,95%; serta limit deteksi IDL 0,0001 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$, dan LoQ 0,0042 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$.

Validasi metode yang dilakukan untuk penentuan kadar logam dengan metode ICP telah memenuhi persyaratan validasi, dimana persentase Recovery sampel harus berada pada rentang 98-102% dengan nilai RSD $< 2\%$. Pada pengujian akurasi, presisi dan nilai regresi linear koefisien korelasi (R) $> 0,997$ dan koefisien determinasi (R^2) $> 0,995$. Metode yang telah valid tersebut digunakan untuk pengujian terhadap salah satu sampel cair limbah industri yang bergerak di bidang tekstil yang berada di Kota Bandung. LOD 0,0225 mg/l dan LOQ 0,061 mg/l Kandungan kadar Pb inlet $0,0565 \pm 0,0157$ mg/L dan kandungan kadar Pb outlet $0,0161 \pm 0,0045$ mg/L [9].

Penelitian validasi pengukuran logam berat menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA) menunjukkan bahwa destruksi gelombang mikro telah memenuhi persyaratan validasi seperti linieritas $> 0,99$ dan rata-rata perolehan kembali 92,6-103,2%. Parameter ketelitian yang dilakukan memperoleh standar deviasi relatif (RSD) $< 5\%$, batas deteksi metode (LOD) Pb masing-masing 0,02 mg/kg, sedangkan batas kuantitasi (LOQ) 0,042 mg/kg. Kekuatan metode menghasilkan standar deviasi relatif 2,6-4,7% [10]. Prosedur destruksi gelombang mikro yang dikembangkan sangat praktis, dan dikategorikan sebagai metode preparasi yang mudah, cepat, akurat, teliti, dapat diandalkan dan dapat dijadikan sebagai metode analisis rutin di dalam laboratorium dengan beberapa jenis sampel dalam jumlah yang banyak.

Validasi metode pada penentuan kadar Pb dalam tanaman menunjukkan nilai koefisien korelasi (r) Pb adalah 0,9982; nilai LOD adalah 3,19 ppm; LOQ adalah 10 ppm; presisi dengan nilai relatif standar deviasi (RSD) $< 5\%$. Berdasarkan hasil penelitian, maka metode ini menunjukkan performa metode yang baik untuk analisis logam Pb dengan menggunakan spektrofotometer Serapan Atom (SSA) [11].

2. Metode Penelitian

2.1. Penyediaan dan proses fitoremediasi eceng gondok.

Langkah pertama penelitian ini adalah disiapkan media eceng gondok kurang lebih 30 rumpun. Selanjutnya diaklimatisasi kedalam bak berukuran 50 liter yang berisi akuades selama 14 hari. Langkah kedua eceng gondok dibagi menjadi 4 bagian kedalam bak masing-masing berukuran 47,5 cm x 32,5 cm x 30,5 cm. Langkah ketiga dimasukkan sampel limbah laboratorium sebanyak 10 liter ke dalam masing masing bak.

2.2. Penentuan pH optimum

Langkah pertama Larutan standar Pb(II) dengan konsentrasi 2 ppm divariasikan pada pH 4-10 menggunakan NaOH 0,1 M, langkah kedua ditambahkan 1 mL ARS 0,01 M

pada masing-masing larutan dan 1 mL larutan buffer yang sesuai dengan pH. Larutan standar yang telah dicampur dengan ARS dibiarkan selama ± 30 menit, langkah ketiga dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang sebelumnya diukur pada 400-800 nm.

2.3. Penentuan kadar timbal dan Alizarin Red S menggunakan spektrofotometri UV-Vis

Langkah pertama 10 ml larutan standar Pb(II) 10 ppm divariasikan konsentrasinya pada 1, 2, 3, 4, 5 dan 6 ppm. Langkah kedua masing-masing larutan dengan konsentrasi tersebut diambil sebanyak 10 ml dan ditambahkan ARS sebanyak 1 ml serta NaOH sebanyak 0,13 mL. Langkah ketiga ditambahkan buffer sesuai dengan pH optimum yang diperoleh. Langkah keempat dilakukan penentuan absorbansi dari larutan standar menggunakan panjang gelombang maksimum, masing-masing pengukuran dilakukan sebanyak tiga kali. Pengukuran yang diperoleh dari larutan standar tersebut kemudian dibuat kurva kalibrasi.

2.4. Penentuan uji presisi, akurasi, linearitas

Uji presisi dilakukan dengan menggunakan konsentrasi dari larutan standar timbal. Absorbansi dari standar tersebut digunakan untuk mencari standar deviasinya. Uji presisi ditentukan dengan menghitung nilai koefisien variasi (KV).

$$KV\% = \frac{SD}{X} \times 100\% \quad (1)$$

Keterangan:

SD = standar deviasi
KV = koefisien variasi
X = kadar analit

Uji akurasi dapat dinilai dari hasil pemeriksaan bahan kontrol dan dihitung sebagai nilai biasnya ($d\%$). Keakuratan metode dapat diperoleh dengan persamaan dibawah ini

$$d\% = \left[\frac{\mu - X}{\mu} \right] \times 100\% \quad (2)$$

Keterangan:

x = konsentrasi standar
 μ = konsentrasi standar yang terukur

Uji Linearitas preparasi deret kalibrasi dibuat menggunakan blanko matriks yang didalamnya ditambahkan secara kuantitatif analit standar yang telah diketahui konsentrasinya. Konsentrasi deret kalibrasi yang dibuat meliputi lima konsentrasi yang melingkupi 1, 2, 3, 4 5 dan 6 ppm. Analisis dilakukan pada masing-masing preparat menggunakan metode yang akan divalidasi dengan jumlah pengulangan sebanyak 3 kali. Korelasi antara respon analitik merata yang didapat dengan konsentrasi teoritis analit dalam preparat dapat dihitung.

2.5. Penentuan Limit Deteksi dan Limit Kuantifikasi

Penentuan limit deteksi (LD) dan limit kuantifikasi (LK) dapat dilakukan dengan menghitung kadar yang didapat dari respons blanko matriks tersebut dari deret standar. Selanjutnya dihitung rerata dan standar deviasi dari kadar-kadar tersebut.

$$LD = yb + 3sb \quad (3)$$

$$LK = yb + 10sb \quad (4)$$

Keterangan:

LD = Limit deteksi

LK = Limit Kuantifikasi

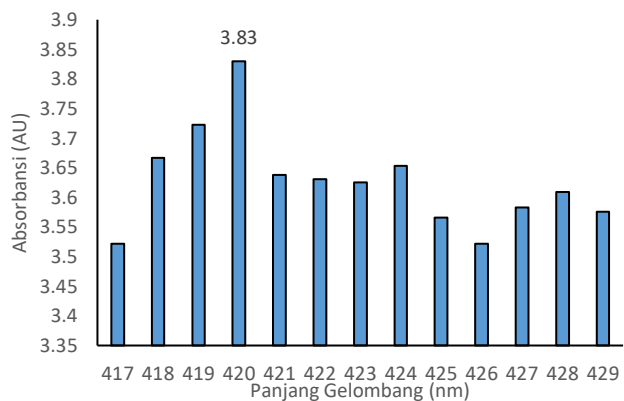
sb = Simpangan Baku

yb = intersep (a)

3. Hasil dan Pembahasan

Pengembangan metode analisis dengan logam Pb metode spektrofotometri UV-Vis. dilakukan karena metode ini termasuk sederhana dan ketersediaannya cukup banyak sehingga dapat meningkatkan selektivitas dan sensitifitas. Suatu metode analisis perlu dilakukan validasi untuk mengevaluasi kerja suatu metode, analisis, menjamin prosedur analisis, menjamin keakuratan dan keterulangan hasil analisis. Parameter parameter untuk validasi spektrofotometri UV-Vis meliputi uji linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi dan limit kuantisasi.

Analisis logam Pb dengan metode spektrofotometri terlebih dahulu diawali dengan penentuan panjang gelombang pada larutan Pb. Penentuan panjang gelombang dilakukan pada rentang 400-800 nm. Data panjang gelombang yang diperoleh disajikan pada Gambar 1.



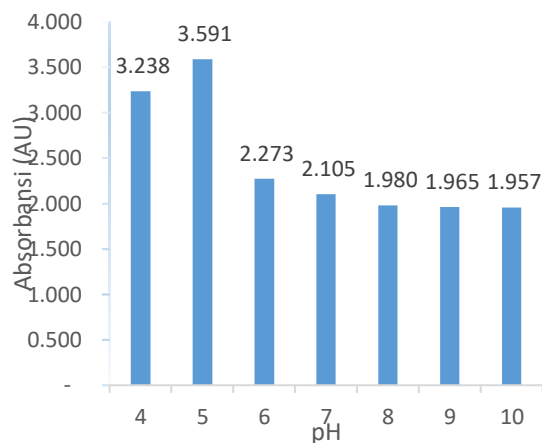
Gambar 1. Grafik panjang gelombang maksimum Pb

Gambar 1 menunjukkan panjang gelombang maksimum pada titik tertinggi 420 nm untuk pengukuran Pb, pada rentang 400-800 dan skala yang lebih sempit pada rentang 416-429. Panjang gelombang pengukuran suatu alat akan berbeda dengan panjang gelombang alat yang lain begitu juga untuk panjang gelombang yang digunakan dalam penelitian ini memakai alat spektrofotometri UV-Vis, jika dibandingkan dengan SSA dan ICP. Teknik dan metode yang digunakan berbeda serta bahan pengomplek yang digunakan juga berbeda pula, sehingga panjang gelombang yang dihasilkan juga berbeda. Beberapa penelitian melakukan pengukuran Pb menggunakan SSA dengan panjang gelombang 283,3 nm dan 217,0 nm [12, 13], penelitian lain melakukan pengukuran Pb menggunakan metode ICP dengan panjang gelombang 283,3 nm dan 220, 353 nm [4,14].

Panjang gelombang yang diperoleh dari penelitian ini 420 nm cukup berbeda dengan Metode metode SSA dan ICP, hal ini dikarenakan pada smetode spektrofotometri Uv-Vis yang digunakan menggunakan pengompleks alizarin Red S yang mempunyai rentang di skala 400-800 nm. Sedangkan untuk metode SSA tidak menggunakan pengompleks sebagai warna, akan tetapi prinsip dari metode ini analit logam timbal dalam

nyala udara-asetilen diubah menjadi bentuk atomnya, menyerap energy radiasi elektromagnetik yang berasal dari lampu katoda dan besarnya serapan berbanding lurus dengan kadar analit. Pada ICP juga tidak menggunakan pengompleks tetapi prinsip kerjanya sample logam timbal diubah menjadi bentuk aerosol oleh gas argon pada nebulizer.

Penentuan pH optimum dimaksudkan untuk mendapatkan pH yang paling stabil untuk terbentuknya Pb-ARS. Struktur ARS akan membentuk cincin kompleks dengan Pb. Senyawa kompleks Pb-ARS dibuat dengan mereaksikan Pb^{2+} dengan larutan ARS pada pH 4-10. Nilai pH optimum yang diperoleh disajikan pada Gambar 2.



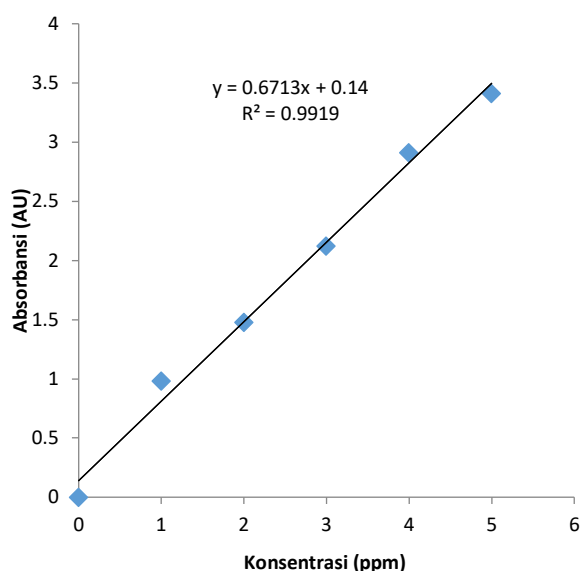
Gambar 2. Grafik pH optimum kompleks Pb-ARS

Gambar 2 kompleks Pb-ARS terbentuk pada pH 5 dengan absorbansi 3,591 pada panjang gelombang maksimum 420 nm. pH optimum suatu metode tergantung dari cara dan bahan yang digunakan serta alat yang menjadi pengukuran. Perbandingan dengan metode SSA dan ICP tidak dapat dilakukan karena metode SSA dan ICP tidak menetapkan pH optimum untuk proses pengukurannya.

Penelitian validasi analisis timbal dalam rumput laut dengan menggunakan spektrofotometri Uv-Vis menggunakan pH optimum 10 dan panjang gelombang 520 nm [15]. Hal ini jika dibandingkan dengan penelitian ini cukup berbeda dikarenakan alat spektrofotometri Uv-Vis yang berbeda merk dan spesifikasinya, perbedaan juga disebabkan bahan, sampel, dan pengompleks yang berbeda pada penelitian Tuslinah dkk., menggunakan pengompleks ditizon dan sampel yang diuji adalah rumput laut melalui proses dekstruksi dan ekstraksi Sedangkan penelitian ini menggunakan pengompleks Alizarin Red S sampel berupa limbah cair tanpa proses dekstruksi dan ekstraksi.

Analisis selanjutnya dilakukan pengukuran kurva standar diperoleh nilai absorbansi yang disajikan pada Gambar 3.

Gambar 3 merupakan grafik kurva kalibrasi standar yang menunjukkan linearitas dari kurva standar dengan konsentrasi 1, 2, 3, 4, 5, dan 6 ppm yang direaksikan dengan ARS pada pH optimum 5 dan panjang gelombang 420 nm, diperoleh persamaan linear persamaan garis linier $y = 0,6713x + 0,14$ dengan koefisien korelasi $R = 0,9919$. Harga koefisien korelasi (R^2) $\geq 0,991$ menunjukkan adanya korelasi yang tepat antara konsentrasi dengan absorbansi. Harga standar acuan koefisien korelasi berkisar antara 0 sampai 1. Nilai koefisien korelasi yang diperoleh pada penelitian ini mendekati 1 yaitu 0,991. Linearitas ini membuktikan hubungan yang linear antara konsentrasi analit dengan respon instrumen spektrofotometri UV-Vis.



Gambar 3. Kurva Standar Pb/ Kurva kalibrasi

Tabel 1. Hasil pengukuran rata rata sampel limbah untuk validasi spektrofotometri UV-Vis

Sampel	absorbansi (AU)	konsentrasi (ppm)
1	1,846	2,5415
2	1,846	2,5415
3	1,844	2,5385
4	1,826	2,5117
5	1,820	2,5028
6	1,819	2,5013
7	1,816	2,4968

Dari data Tabel 1 diatas kita akumulasikan kedalam rumus untuk perhitungan nilai akurasi, presisi, LD dan LK. LD atau LOD (limit of Detection) atau batas deteksi merupakan jumlah atau konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang dapat diteliti, dari data penelitian ini dipeoleh LD sebesar 0,5667 mg/L nilai tersebut menunjukkan jumlah terkecil analit dalam sampel masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko yang artinya pada konsentrasi tersebut masih dapat dilakukan pengukuran sampel yang memberikan hasil ketelitian spektrofotometri UV-Vis berdasarkan tingkat akurasi individual hasil analisis.

LK atau LOQ (limit of Quantiti atau kuantifikasi adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif pada tingkat ketelitian dan ketepatan yang baik. Batas kuantifikasi merupakan parameter pengujian kuantitatif untuk konsentrasi analit yang rendah digunakan untk menentukan adanya pengotor atau degradasi produk. Dari data penelitian diperoleh LK sebesar 1,889 mg/L artinya pada

konsentrasi tersebut bila dilakukan pengukuran masih dapat memberikan kecermatan analisis.

Validasi selanjutnya adalah presisi atau ketelitian ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku relatif. Data yang diperoleh h % RSD sebesar 0,8129 %. Hasil tersebut kurang dari 2% artinya metode ini memenuhi kriteria seksama.

Berdasarkan pengukuran dan dan perhitungan penelitian diatas dapat ditentukan nilai akurasi. Akurasi pengukuran menentukan seberapa tepat pengukuran dibandingkan dengan acuan yang sudah ada. Semakin kecil akurasi maka semakin mendekati nilai kebenaran bila mendekati 100% menunjukkan bahwa metode tersebut memiliki ketepatan yang baik. Batas nilai akurasi yang diperbolehkan antara 70-125%. Nilai akurasi yang diperoleh dari penelitian ini sebesar 103,17%. Artinya akurasi menggunakan spektrofotometri UV-Vis untuk pengukuran Logam Pb memiliki ketepatan yang baik.

Validasi pengukuran timbal dengan menggunakan SSA diperoleh nilai LOQ Timbal (Pb) = 0.0764 mg/L, LOD = 0.0229 mg/L dan MDL = 0.024 mg/L [16]. Sedangkan uji presisi didapatkan hasil yang memenuhi syarat keberterimaan. RSD uji presisi yang didapatkan adalah 11.487 lebih kecil dari 0.5 CV horwitz, yaitu 13.485. Kurva kalibrasi yang dibuat mempunyai linearitas (r) = 0.999.

Data dari referensi Verifikasi metode pengujian logam Pb menggunakan metode SSA dengan parameter yang dihitung adalah presisi, akurasi (*recovery*), nilai akurasi (*recovery*) dari logam Pb berada dikisaran 91,6610 % - 101,1633 %. Kisaran ini masih dalam kisaran memenuhi syarat yaitu antara 60 - 115 %, sehingga akurasi metode ujinya memenuhi syarat keberterimaan. Nilai LOD untuk logam Pb 0,0063 µg/L, Nilai LOQ 0,021 µg/L Persamaan $y=0,040824 x +0,00032207$, dengan $r = 0,9958$, dan nilai presisi 1,88 % [17].

Data pembandingan metode SSA, ICP dan Spektrofotometri Uv-Vis yang telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya disajikan pada Tabel 2.

Berdasarkan Tabel 2 didapatkan data dari beberapa referensi untuk validasi metode SSA dan ICP, dari referensi tersebut jika dibandingkan dengan penelitian ini nilai koefisien korelasi dengan metode SSA dan ICP tidak berbeda jauh dengan metode yang digunakan yang digunakan peneliti yang diperoleh sebesar 0,9919, dibandingkan dengan dengan metode SSA dan ICP rata-rata berada dalam range (0,9900-0,9996) [9, 18-20]. Batas keberterimaan koefisen korelasi antara 0 sampai 1. Semakin nilainya mendekati 1 semakin bagus kelinearan suatu pengujian. Demikian pula sebaliknya semakin kurang dari 1 atau mendekati 0 maka dikatakan kurang linear.

Tabel 2. Referensi validasi metode SSA, ICP dan spektrofotometri

Referensi	Metode	Validasi				
		Akurasi (%)	Presisi (%)	r/R2	LD/ /LOD (ppm)	LQ/ /LOQ (ppm)
Ratnawati dkk., (2019)	SSA	90,01	0,89	0,9996	1,1364	0,3409
Pirdaus, dkk., (2018)	ICP	96,87	3,97	0,995	0,037	0,122
Maulidyah, (2021)	ICP	108,35	0,96	0,999	0,014	0,046
Kartikasari dkk., (2018)	SSA	95,89	2,43	0,9983	0,067	0,203
Ullah dkk., (2017)	SSA	97,733	4,9	0,995	0,078	0,156
Susanto dkk., (2021)	ICP	99,7	1,49	0,997	0,0225	0,0681
Tuslinah., dkk (2022)	Spektro	102,43	0,9530	0,9979	0,459	1,53
Batas keberterimaan SNI 6989.78:2011,	SSA/ICP/ Spektro	75-125	<2	0-1	< 2	< 2

Nilai akurasi yang didapatkan dari penelitian ini adalah 103,17 % jika dibandingkan dengan metode SSA dan ICP pada referensi diatas dan tabel 2 tidak jauh berbeda berkisar antara (90,01-108,35%). Batas keberterimaan akurasi berkisar 70-125%, sehingga nilai tersebut termasuk kategori akurat. Demikian juga jika dibandingkan dengan refensi Tuslinah dkk yang menggunakan spektrofotometri UV-Vis terlihat tidak berbeda jauh nilai akurasinya yaitu 102,43%.

Nilai presisi yang didapatkan dari penelitian ini 0,8129 %, jika dibandingkan dengan kedua metode dari data referensi pada Tabel 2 maka nilai presisi tersebut untuk penelitian ini masuk dalam batas keberterimaan untuk presisi yaitu <2%. Sedangkan jika dibandingkan dengan data peneliti pada tabel 2 yang menggunakan metode SSA dan ICP ada yang tidak berbeda jauh yaitu dibawah 2%. Tetapi ada juga beberapa hasil peneliti tersebut nilai presisinya lebih dari 2%. Berbagai faktor yang bisa mempengaruhi terjadinya nilai tidak sesuai batas salah satunya faktor ketelitian.

Nilai LD dan LK pada penelitian ini 0,567 ppm dan 1,889 ppm. Perbandingan untuk kedua metode pada tabel 2 nilai Ld dan Lk tidak berbeda jauh dan memenuhi kriteria batas keberterimaan. Rentang data LD peneliti pada tabel 2 berkisar (0,014-1,1364 ppm), sedangkan LH berkisar antara (0,046-1,53 ppm). Dengan batas keberterimaan kurang dari 2%.

Secara keseluruhan nilai validasi koefisien korelasi, akurasi, presisi LD dan LK yang diperoleh pada penelitian tidak berbeda jauh dengan kedua metode SSA dan ICP yang dijadikan sebagai pembanding yang telah dilakukan peneliti sebelumnya. serta batas keberterimaan termasuk dalam rentang kategori diterima

4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat diperoleh kesimpulan validasi metode analisis dengan metode spektrofotometri UV-Vis untuk pengukuran Pb dalam limbah pada fitoremediasi eceng gondok dengan parameter akurasi sebesar 103,17% presisi sebesar 0,8129 %, linearitas dengan nilai $R^2 = 0,9919$ limit deteksi sebesar 0,5667 ppm limit kuantifikasi sebesar 1,889 ppm. Metode analisis logam Pb dalam limbah laboratorium pada fitoremediasi eceng gondok dengan spektrofotometri UV-Vis memenuhi kriteria yang ditetapkan. Hasil Penelitian ini menjadi alternatif penanganan limbah yang ramah lingkungan dengan metode analisis yang efektif dan efisien.

Daftar Pustaka

- [1] S. Audiyanti, H. Hamdani, H. Herawati, Efektivitas eceng gondok (*Eichhornia crassipes*) dan kayu apu (*Pistia stratiotes*) sebagai agen fitoremediasi limbah sungai citarum, *Jurnal Perikanan Kelautan*, 10 (2019).
- [2] Y.D. Ningrum, A. Ghofar, Haeruddin, Efektivitas Eceng Gondok (*Eichhornia crassipes* (Mart.) Solm) sebagai Fitoremediator pada Limbah Cair Produksi Tahu Effectiveness of Eceng Gondok (*Eichhornia crassipes* (Mart.) Solm) as Phytoremediator for Tofu Production Liquid Waste, *MAQUARES*, 9 (2020) 97-106.
- [3] N. Zahro, V.C. Nisa, Fitoremediasi eceng gondok (*Eichhornia crassipes*) pada limbah domestik dan timbal di hilir sungai bengawan solo gresik sebagai solusi ketersediaan air bersih sekarang dan masa depan, *JCAE*, 4 (2020) 73-83.
- [4] P. Pirdaus, M. Rahman, Rinawati, N.L.G.R. Juliasih, D. Pratama, A.A. Kiswandono, Verifikasi metode analisis logam Pb, Cd, Cr, Cu, Ni, Co, Fe, Mn Dan Ba pada air menggunakan inductively coupled plasma-optical emission spectrometer (Icp-Oes), *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, 3 (2018).
- [5] Z. Afifah, K. Kurniyawan, T. Huda, Verifikasi metode penentuan kadar timbal (Pb) pada sampel udara ambien menggunakan inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES), *IJCA*, 2 (2019) 74-79.
- [6] J.P. Adani, E. Wardhani, K. Pharmawati, identifikasi pencemaran logam berat timbal (Pb) dan seng (Zn) di air permukaan dan sedimen waduk Saguling Provinsi Jawa Barat, *Jurnal Reka Lingkungan*, 6 (2018).
- [7] I. Lestari, S.P. Ayu, Ngatijo, Penyerapan ion logam Cu(II) menggunakan eceng gondok (*Eichhornia crassipes*) secara fitoremediasi, *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, 6 (2021) 46-55.
- [8] N.S.L. Silalahi, Y. Amri, P. Wahyuningsih, Analisis kuantitatif logam berat dalam tiram (*Crassostrea Sp.*) dari pesisir Kuala Langsa, *Jurnal Jeumpa*, 9 (2022) 784-794.
- [9] A. Susanto, T. Mulyani, S. Nugraha, Validasi metode analisis penentuan kadar logam berat Pb, Cd dan cr terlarut dalam limbah cair industri tekstil dengan metode inductively coupled plasma optical emission spectrometry prodigy7, *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 19 (2021) 191-200.
- [10] M. Taufiq, A. Sabarudin, A. Mulyasuryani, Pengembangan dan validasi metode destruksi gelombang mikro untuk penentuan logam berat kadmium dan timbal dalam cokelat dengan spektroskopi serapan atom (SSA), *Journal of Chemistry*, 5 (2016) 31-37.
- [11] D.S. Pratama, D. Hidayat, E. Wijayanto, H. Yuniar, Validasi metode analisis Pb dengan menggunakan flame spektrofotometer serapan atom (SSA) untuk studi biogeokimia dan toksisitas logam timbal pada tanaman tomat (*Lycopersicon esculentum*), *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, 1 (2016).
- [12] I.G.N.R. Aryawan, E. Sahara, I.E. Suprihatin, Kandungan logam Pb dan Cu total dalam air, ikan, dan sedimen di kawasan pantai Serangan serta bioavailabilitasnya, *J. Kimia*, 11 (2017) 56-63.
- [13] G.U. Hadisoebroto, Penentuan kadar logam timbal (Pb) dan tembaga (Cu) pada sumber air di kawasan Gunung Salak Kabupaten Sukabumi dengan metode spektrofotometri serapan atom (SSA), *Jurnal Sabdariffarma*, 9 (2021).
- [14] D. Rinawati, B. Barlian, G. Tsamara, Identifikasi kadar timbal (Pb) dalam darah pada petugas operator SPBU 34-42115 Kota Serang, *Jurnal MEDIKES*, 7 (2020) 1-8.
- [15] L. Tuslinah, P. Winarti, D.S. Zuzika, Validasi metode analisis logam timbal (Pb) dalam rumput laut menggunakan metode spektrofotometri Uv-Vis, *Jurnal Kesehatan Bakti Tunas Husada: Jurnal Ilmu-ilmu Keperawatan, Analisis Kesehatan dan Farmasi*, 22 (2022) 23-28.
- [16] A.R. Utami, C. Wulandari, Verifikasi metode pengujian timbal (Pb) dan kadmium (Cd) dalam air limbah dengan menggunakan atomic absorption spectrophotometer, *Seminar Nasional Kimia dan Pembelajarannya*. Malang, 2019.
- [17] I.D. Sukaryono, S. Hadinoto, L.R. Fasa, Verifikasi metode pengujian cemaran logam pada air minum dalam kemasan (AMDK) dengan metode AAS-GFA, *Majalah Biam*, 13 (2017) 8-16.
- [18] A. Ullah, M. Maksud, S. Khan, L. Lutfi, S.B. Quraishi, Development and validation of a GF-AAS method and its application for the trace level determination of Pb, Cd, and Cr in fish feed samples commonly used in the hatcheries of Bangladesh, *Journal of Analytical Science and Technology*, 8 (2017) 1-7.
- [19] N.A. Ratnawati, A.T. Prasetya, E.F. Rahayu, Validasi metode pengujian logam berat timbal (Pb) dengan destruksi basah menggunakan FAAS dalam sedimen sungai banjir Kanal Barat Semarang, *Indones. J. Chem.*, 8 (2019) 60-68.
- [20] L.E. Kartikasari, W. Utami, Penetapan kadar logam Pb Dan Cd dalam sediaan spirulina dengan metode spektroskopi serapan atom (SSA), *Jurnal Farmasi Sains dan Praktis*, 4 (2018) 31-36.