

Validation Determination of Potassium (K) in a Water Sample Using the Flame Photometry

Validasi Penentuan Kalium (K) dalam Sampel Air menggunakan Flame Fotometer

Adelia Yuni Dwiputri^{a,*}, Febi Indah Fajarwati^{a,*} dan Bethy C. Matahelumual^b

^a*Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Islam Indonesia, Jl. Kaliurang, KM. 14,5,
Yogyakarta 55584, Indonesia*

^b*Pusat Air Tanah Dan Geologi Tata Lingkungan, Bandung, Jawa Barat*

*Corresponding author: 17612041@students.uii.ac.id

*febi.indah@uui.ac.id

Diterima: 3 Mei 2021, Direvisi: 21 Mei 2021, Diterbitkan: 16 Juni 2021

ABSTRACT

Measurement of potassium levels in tap water using the flame photometric method and validating the flame photometric method. Validation was carried out at the Water Laboratory, Groundwater Center and Environmental Geology Bandung. The test parameters for validation include linearity, accuracy, precision, detection limit and quantitation limit. The results of determining the validation parameters obtained good linearity, indicated by the correlation coefficient value of 0.9998, detection limit of 3.681 mg / l, quantity limit of 12.27 mg / l, good precision indicated by % RSD of 1.139%, good accuracy indicated by the % recovery value of 103.88%, based on the t test and F test.

Keywords: potassium, water samples, flame photometer, and method validation.

ABSTRAK

Pengukuran kadar kalium dalam air keran dengan menggunakan metode flame fotometri dan validasi metode flame fotometri telah dilakukan dalam penelitian ini. Validasi dilakukan di Laboratorium Air, Pusat Air Tanah dan Geologi Tata Lingkungan Bandung. Parameter uji untuk validasi meliputi linearitas, akurasi, presisi, limit deteksi dan limit kuantitasi. Hasil penentuan parameter validasi diperoleh linearitas yang baik, ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi 0,9998, limit deteksi sebesar 3,681 mg/l, limit kuantitas sebesar 12,27 mg/l, presisi yang baik ditunjukkan dengan % RSD sebesar 1,139%, akurasi yang baik ditunjukkan dengan nilai % recovery sebesar 103,88%, berdasarkan uji t dan uji F.

Kata kunci: kalium, sampel air, flame fotometer, dan validasi metode.

PENDAHULUAN

Air tanah bersifat dapat diperbaharui secara alami, karena airtanah merupakan bagian yang tidak terpisahkan dalam siklus hidrologi di bumi. Namun demikian, dalam kenyataannya terdapat berbagai faktor pembatas yang mempengaruhi penggunaan, baik dari segi kuantitas maupun kualitas. Kualitas air tanah dapat dipengaruhi oleh faktor litologi, iklim, waktu, dan aktivitas makhluk hidup, termasuk manusia seperti pembuangan limbah industri, limbah rumah tangga, limbah pertanian dan penggunaan pestisida. Untuk mengetahui kualitas airtanah dapat ditentukan dengan cara analisis fisik, meliputi warna, bau, rasa, kekeruhan, suhu, DHL. Analisis kimia meliputi kandungan ion-ion yang terlarut yang menyebabkan tingginya nilai kesadahan. Ion-ion yang dominan dan banyak terlarut dalam air tanah yaitu kation di antaranya Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ dan anion terdiri dari HCO_3^- , Cl^- , dan SO_4^{2-} . Jumlah kation dan anion tersebut umumnya lebih dari 90% dari total padatan terlarut, ion lainnya hanya berkadar rendah (Rachmawati, 1998).

Kalium adalah unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang K dan nomor atom 19. Dalam tabel periodik, kalium merupakan salah satu elektron valensi dalam tabel periodik, kalium adalah salah satu logam alkali. Semua logam alkali memiliki satu elektron valensi di kulit

elektron terluarnya, yang mudah dilepaskan untuk membentuk ion bermuatan positif – sebuah kation, yang jika bergabung dengan anion membentuk garam. Kalium di alam hanya terdapat pada garam ionik. Unsur kalium adalah logam alkali, lunak, berwarna putih keperakan yang teroksidasi dengan cepat di udara dan bereaksi hebat dengan air, menghasilkan panas yang cukup untuk menyalakan hidrogen yang dipancarkan dalam reaksi dan terbakar dengan api berwarna ungu. Ia ditemukan terlarut dalam air laut (yaitu 0,04% kalium berdasarkan berat), dan merupakan bagian dari banyak mineral (Webb, 1993).

Kalium secara kimiawi sangat mirip dengan natrium (unsur sebelumnya) pada golongan 1 tabel periodik. Ion kalium dan ion natrium memiliki energi ionisasi pertama yang hampir sama, yang memungkinkan setiap atom melepaskan satu-satunya elektron terluarnya. Kedua ion dapat berikatan dengan anion yang sama untuk membentuk garam. Keduanya diidentifikasi menggunakan metode elektrolisis pada tahun 1807. Kalium alami terdiri dari tiga isotop K bersifat radioaktif (Marggraf, 1761).

Ion kalium diperlukan untuk fungsi semua sel hidup. Transfer ion kalium melalui membrane sel saraf diperlukan untuk transmisi saraf normal. Kekurangan dan kelebihan kalium dapat mengakibatkan gangguan irama jantung serta kelaian

elektrokardiografi lainnya. Buah dan sayuran segar adalah makanan sumber kalium yang baik. Tubuh merespons masuknya kalium makanan, yang meningkatkan kadar kalium serum, dengan menggeser kalium dari luar ke dalam sel dan meningkatkan ekskresi kalium oleh ginjal.

Sebagian besar aplikasi industri kalium mengeksploitasi kelarutan senyawa kalium yang tinggi dalam air, seperti sabun kalium. Produksi tanaman berat cepat menghabiskan kalium tanah, dan ini dapat diatasi dengan pupuk yang mengandung kalium (Greenwood, dkk, 1997).

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Dengan kata lain tujuan dari validasi metode analisis adalah untuk mengkonfirmasi atau memastikan metode analisis yang dipakai sesuai untuk peruntukannya. Menurut Harmita (2004), beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode analisis diuraikan dan didefinisikan sebagaimana cara penentuannya. Adapun parameter-parameter tersebut antara lain adalah akurasi (kecermatan), presisi (keseksamaan) selektifitas, linieritas dan rentang, batas deteksi dan batas kuantitas,

ketangguhan metode, kekuatan metode. Apabila parameter-parameter ini dapat dipertanggungjawabkan maka suatu metode analisis dapat dikatakan valid dan dapat digunakan untuk analisis rutin.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu peralatan gelas, dan *Flame* Fotometer variasi ATS 2005.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu larutan induk kalium 1000 mg/L, akuades, dan sampel air kran.

Pembuatan Larutan Standar Kalium

Larutan induk kalium 1000 mg/L dipipet sebanyak 10 mL, dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas (konsentrasi 100 mg/L). Larutan untuk standar kalium dibuat dengan memipet larutan 100 mg/L sebanyak 30 mL, 25 mL, 10 mL, 5 mL, 3 mL, 2 mL, 1 mL, dan 0,5 mL, dilarutkan dalam labu ukur 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi berturut-turut 30 mg/L, 25 mg/L, 10 mg/L, 5 mg/L, 3 mg/L, 2 mg/L, 1 mg/L, dan 0,5 mg/L.

Uji Pendahuluan

Pengukuran uji pendahuluan dengan menggunakan sampel air kran dimana sampel air kran diambil dengan metode grab sampling. Selanjutnya dilakukan preparasi sampel air kran dengan disaring

menggunakan kertas saring 2 lapis. Kemudian sampel air kran dimasukkan pada tabung reaksi untuk dilakukan uji pendahuluan dengan menggunakan *flame* fotometer.

Tahapan Analisis

Kadar Kalium pada sampel ditentukan dengan cara mengukur konsentrasinya menggunakan *flame* fotometer. Pertama dilakukan kalibrasi terhadap *flame* fotometer dengan akuades sehingga bacaan alat akan menunjukkan angka nol (0,0). Data dari konsentrasi sampel yang diperoleh selanjutnya akan di analisis.

Tahap Pelaksanaan Validasi

Linearitas

Penentuan linearitas dilakukan dengan membuat larutan standar kalium berbagai variasi konsentrasi 0,5 mg/L; 1 mg/L; 2 mg/L; 3 mg/L; 5 mg/L; 10 mg/L; dan 25 mg/L. Kemudian larutan di masukkan kedalam tabung reaksi yang selanjutnya dilakukan pengukuran menggunakan *flame* fotometer.

Akurasi

Uji Akurasi dilakukan dengan membuat larutan standar kalium 100 mg/L, kemudian dipipet sebanyak 5 ml kedalam labu ukur 100 mL kemudian ditambahkan sampel yang sudah dipreparasi kedalam labu ukur hingga tanda batas. Kemudian masukkan ke dalam 7 tabung reaksi yang

selanjutnya dianalisis menggunakan *flame* fotometer

Presisi

Penentuan Presisi dilakukan dengan memasukkan sampel air kran yang telah di preparasi kedalam 7 tabung reaksi. Kemudian dilakukan pengukuran menggunakan *flame* fotometer

Uji Limit Deteksi (LOD) dan Uji Limit Kuantitasi (LOQ)

Penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi dilakukan dengan memasukkan akuades ke dalam 7 tabung reaksi. Kemudian dilakukan pengukuran menggunakan *flame* fotometer.

Uji Signifikansi Regresi

Uji Koefisien Korelasi Pearson

Penentuan presisi dilakukan dengan memasukkan sampel air kran yang telah dipreparasi kedalam 7 tabung reaksi. Kemudian dilakukan pengukuran menggunakan *flame* fotometer

Uji T

Uji t dilakukan dengan membanding nilai t_{hitung} dengan nilai t_{tabel} . Jika $t_{hitung} > t_{tabel}$ maka H_0 ditolak, jika $t_{tabel} > t_{hitung}$ maka H_0 diterima. H_0 adalah tidak ada hubungan linier antara absorbansi dengan konsentrasi larutan standar kalium. Uji t dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya hubungan linier antara variable.

PEMBAHASAN

Uji Pendahuluan

Pada uji pendahuluan dilakukan untuk mengetahui kadar kalium yang terdapat di sampel yang digunakan. Pengukuran dilakukan dengan 2 kali pengulangan dan didapatkan rata-rata kadar kalium dalam sampel air kran yang digunakan adalah 0,5225 mg/L.

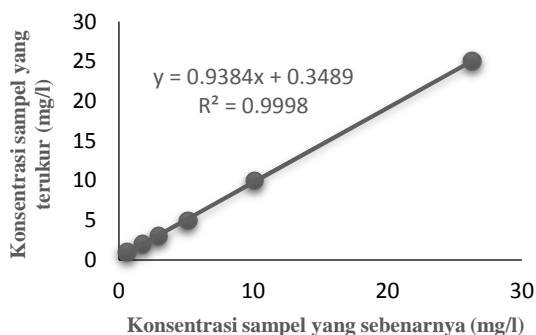
Tabel 1. Hasil Pengujian Pendahuluan

Pengulangan	Konsentrasi (mg/l)
1	0,580
2	0,465
Rata-rata (\bar{x})	0,5225

Validasi Penentuan Kalium

Linearitas

Pengujian linearitas merupakan salah satu parameter validasi metode analisis yang dilakukan dengan mengukur larutan standar kalium dengan variasi konsentrasi 0,5 mg/L; 1 mg/L; 2 mg/L ; 3 mg/L; 5 mg/L; 10 mg/L; dan 25 mg/L. Nilai linearitas dapat diperoleh dari kurva kalibrasi, yaitu nilai koefisien korelasi (r).



Gambar 1. Kurva uji linear larutan standar

Berdasarkan Gambar 1 diperoleh persamaan regresi linier $y = bx+a$, dimana slope (b) sebesar 0,9384 dan intersep (a) sebesar 0,3489. Dan nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,99989.

Tabel 2. Hasil Pengujian Linearitas

Keterangan	Hasil
Persamaan regresi	$y = 0,9384x + 0,3489$
Regresi (r^2)	0,9998
Koefisien korelasi (r)	0,99989
Slope (b)	0,9384
Intersep (a)	0,3489

Tabel 2 menunjukkan bahwa nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,9998. Berdasarkan CIPAC 3807, suatu metode dikatakan memenuhi persyaratan untuk pengujian linieritas apabila menghasilkan nilai koefisien korelasi (r) > 0,9900. Selain itu berdasarkan hasil pengujian nilai koefisien korelasi *Pearson* diperoleh nilai koefisien korelasi yang signifikan, yaitu r hitung lebih besar sama dengan dari r tabel ($r_{hitung} \geq r_{tabel}$), dimana r tabel mempunyai nilai 0,754. Untuk mengetahui pengaruh variabel X secara signifikan terhadap variabel Y, maka diperlukan uji koefisien sederhana (uji t). Berdasarkan hasil uji t, bahwa ada hubungan linier antara konsentrasi yang sebenarnya dan konsentrasi yang terukur, yang dapat dilihat dari nilai t hitung lebih besar ddari t tabel ($t_{hitung} - t_{tabel}$), dimana t hitung dan t tabel mempunyai nilai berturut-turut 268,298 dan 2,447. Maka H_0 ditolak (H_0 menunjukkan

Tabel 3 Hasil Pengujian Akurasi

Pengulangan	Konsentrasi sebenarnya (mg/l)	Konsentrasi yang terukur (mg/l)	% Recovery
1	0,529	6,389	117,2
2	0,529	5,886	107,1
3	0,529	6,145	112,32
4	0,529	5,533	100,08
5	0,529	5,519	99,8
6	0,529	5,362	96,66
7	0,529	5,232	94,06
Rata-rata (\bar{x})			103,88
SD			73,112
%RSD			0,704

tidak ada hubungan linier antara konsentrasi yang sebenarnya dan konsentrasi yang terukur).

Nilai koefisien korelasi yang diperoleh menunjukkan adanya korelasi antara respon analitik dengan konsentrasi yang diukur, sehingga dapat disimpulkan bahwa metode tersebut dapat digunakan untuk menentukan kadar kalium dalam sampel air kran karena memiliki nilai linieritas yang dapat diterima, khususnya pada rentang konsentrasi larutan standar kalium 0,5 – 25 mg/L.

Akurasi

Akurasi menunjukkan kedekatan nilai hasil pengukuran dengan nilai sebenarnya. Untuk menentukan tingkat akurasi perlu diketahui nilai sebenarnya dari besaran yang diukur dan kemudian dapat diketahui seberapa besar tingkat akurasinya. Hasil uji akurasi, ditunjukkan pada Tabel 3.

Berdasarkan Tabel 3 menunjukkan bahwa nilai rata-rata % perolehan kembali

untuk uji akurasi sebesar 103,88%. Berdasarkan Tabel 3 rata-rata % *recovery*, Harmita (2004) menyatakan bahwa pada konsentrasi dibawah 100 mg/L, %recovery yang diperoleh sebesar 90%-107%. Sehingga dilihat dari kisaran tersebut, maka dapat disimpulkan bahwa metode analisis tersebut dapat digunakan untuk penentuan kadar kalium dalam sampel air kran.

Presisi

Presisi menunjukkan tingkat kesesuaian dari data pengukuran yang diperoleh. Hal ini dapat dilihat dari standar deviasi yang diperoleh dari pengukuran dan dihitung sebagai % RSD. Pada penelitian ini dilakukan pengujian presisi dilakukan secara *repeatability* (keterulangan) karena dikerjakan pada kondisi yang sama. Hal ini dilakukan untuk mengurangi tingkat kesalahan. Tabel 4 merupakan hasil dari pengujian presisi.

Tabel 4. Hasil Pengujian Presisi

Pengulangan	Konsentrasi (mg/l)
1	5,057
2	4,973
3	5,087
4	4,961
5	5,012
6	5,011
7	4,921
Rata-rata (\bar{x})	5,003
SD	0,057
%RSD (%)	1,139
CV Horwitz (%)	12,556
0,67 x CV Horwitz (%)	8,413

Berdasarkan Tabel 4 menunjukkan bahwa nilai % RSD untuk uji presisi yaitu 1,139 %. Dapat disimpulkan bahwa nilai kepresisian (% RSD) yang didapat memenuhi persyaratan berdasarkan Harmita (2004) karena nilai tersebut lebih kecil dari 0,67 CV Horwitz (8,413 %). Dan dibandingkan dengan 0,67 CV Horwitz yang bertujuan untuk mengetahui homogenitas dari suatu sampel. Secara statistik pengujian presisi untuk kadar kalium dalam sampel air keran memiliki nilai presisi yang baik.

Uji Limit Deteksi (LOD) dan Uji Limit Kuantitasi (LOQ)

Pengujian parameter ini dilakukan menggunakan akuades sebanyak 7 buah replikasi. Tabel 5 merupakan hasil dari pengujian LOD dan LOQ.

Tabel 5. Hasil pengujian LOD dan LOQ

Pengulangan	Konsentrasi (mg/l)
1	-0,141
2	-0,141
3	-0,191
4	-0,157
5	-0,263
6	-0,345
7	-0,268
Rata-rata (\bar{x})	-0,215
SD	1,227
LOD	3,681
LOQ	12,27

Berdasarkan Tabel 5 batas deteksi (LOD) adalah sebesar 3,681 mg/L, hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi kalium terkecil yang masih dapat dideteksi adalah sebesar 3,681 mg/L. Sedangkan untuk batas kuantitasi (LOQ) adalah sebesar 12,27 mg/L, konsentrasi tersebut merupakan konsentrasi terkecil kalium yang dapat diukur secara kuantitatif dengan akurasi dan presisi yang dapat diterima.

Uji Signifikansi Regresi

Uji Koefisien Korelasi Pearson

Uji Pearson merupakan salah satu uji korelasi yang digunakan untuk menyatakan ada tidaknya hubungan antara variabel X dengan variabel Y. Korelasi yang signifikan terjadi apabila r hitung $\geq r$ table. Hasil uji r , ditunjukkan pada Tabel 6.

Berdasarkan Tabel 6 dengan derajat kebebasan 5 menunjukkan bahwa pada level confidence 95% korelasinya signifikan karena r hitung (0,99989) $\geq r$ table (0,754).

Tabel 6. Hasil Uji r

Derajat Kebebasan (n-2)	95%
1	0,997
2	0,950
3	0,878
4	0,811
5	0,754

Uji T

Uji t untuk linearitas dilakukan untuk mengetahui apakah koefisien korelasi (r) yang diperoleh dari uji linearitas memang berarti atau tidak mengingat banyaknya pasangan titik dalam perhitungan. Hasil uji t, ditunjukkan pada Tabel 7

Berdasarkan Tabel 7 menunjukkan dengan derajat kebebasan 6 maka nilai t_{tabel} ($P=0,05$) memiliki nilai 2,447. Karena nilai t_{hitung} (268,298) lebih besar daripada t_{tabel} (2,447) maka hipotesis nol (H_0) ditolak, artinya ada hubungan linier antara konsentrasi yang sebenarnya dengan konsentrasi yang terukur.

Tabel 7. Tabel Hasil Uji t

Derajat kebebasan	P = 0,05
1	12,706
2	4,303
3	3,182
4	2,775
5	2,571
6	2,447

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa, nilai koefisien korelasi pada uji

linearitas sebesar 0,9998. Pada uji presisi % RSD sebesar 1,139%. Pada uji akurasi % *recovery* sebesar 103,88% Pada uji limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) diperoleh besarnya nilai LOD 3,681 mg/L dan besarnya nilai LOQ 12,27 mg/L. Pada uji signifikan regresi, untuk uji r didapatkan hasil r hitung (0,99989) \geq r tabel (0,754) dan untuk uji f didapatkan hasil nilai t_{hitung} (268,298) lebih besar daripada t_{tabel} (2,447). Berdasarkan pada data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa validasi penentuan kalium dalam sampel air kran sebagai persyaratan ISO:17025:2017 adalah valid dan dapat digunakan untuk penentuan kalium. Sehingga metode fotometer nyala memenuhi standar ISO: 17025:2017.

DAFTAR PUSTAKA

- CIPAC (Collaborative International Pesticides Analytical Council) 3807, "Guidelines on method validation to be performed in support of analytical methods for agrochemical formulations"
- Greenwood, N. N., Earnshaw, A., 1997. *Chemistry of the Elements* (edisi ke-2nd) Butterworth-Heinemann. ISBN 0-08-037941-9.
- Harmita, 2004. "Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya". *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1, (3), 117-135.

Marggraf, A.S., 1761. *Chymische Schriften*.

Halaman 167.

Rachmawati, R.S. 1998. Studi Kualitas Air

Tanah Bebas Daerah Parangtritis

Kabupaten Bantul dan Sekitarnya.

Skripsi pada Fakultas Geografi UGM:

Yogyakarta.

Webb, D. A. 1993. *The Sodium and*

Pottasium Content of Sea Water. The

Journal Of Experimental Biology (2):

183.