

**VALIDASI METODE DAN ANALISIS LOGAM As, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Se DAN Zn DALAM SEDIMEN SUNGAI CITARUM MENGGUNAKAN INDUCTIVELY COUPLED PLASMA – OPTICAL EMISSION SPECTROMETRY (ICP-OES)**

Ari Nurachman  
15/383268/PA/16928

**INTISARI**

Studi tentang validasi metode dan analisis logam As, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Se dan Zn dalam sedimen sungai Citarum menggunakan ICP-OES telah dilakukan. Sungai Citarum telah mengalami penurunan kualitas yang salah satunya diakibatkan oleh pencemar yang mengandung logam berat. Logam berat bersifat mudah mengendap dan bersatu dengan sedimen di perairan. Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode ICP-OES dalam menganalisis logam dalam sedimen dan mengetahui pengaruh pH perairan serta ukuran partikel sedimen terhadap konsentrasi logam.

Penelitian ini diawali dengan mempersiapkan sedimen yang didestruksi melalui metode destruksi basah yaitu menggunakan HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan HCl. Sedimen dianalisis menggunakan ICP-OES, sebelum diaplikasikan metode tersebut divalidasi. Parameter validasi yang dilakukan yaitu linearitas, akurasi, presisi, dan sensitivitas melalui nilai LoD dan LoQ. Pengaruh pH dan ukuran sedimen terhadap konsentrasi logam telah dilakukan. Variasi larutan pH yang digunakan adalah pH 3, 5 dan 7. Variasi ukuran sedimen yang dianalisis adalah 35, 60 dan 100 mesh.

Hasil penelitian menunjukkan analisis logam As, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Se dan Zn menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang terpilih menghasilkan kurva kalibrasi linear dengan koefisien korelasi ( $r > 0,9977$ ). Logam Cr, Cu, Mn, Ni dan Zn menghasilkan data dengan presisi tinggi ditandai dengan persen RSD  $< \frac{2}{3}$  CV Horwitz. Logam As, Cr, Ni dan Zn menghasilkan data yang akurat ditandai dari nilai *recovery* terhadap CRM  $> 80\%$ . Perolehan sensitivitas logam As, Cr, Cu, Mn, Ni dan Zn cukup baik sehingga dapat menentukan kadar logam tersebut dalam sedimen, sedangkan untuk logam Cd dan Se kurang mencukupi diduga karena kandungan logam Cd dan Se dalam sampel sangat kecil di bawah batas deteksi. Konsentrasi logam dalam sedimen dipengaruhi pH dan ukuran. Konsentrasi logam pada pH 3  $>$  pH 5  $>$  pH 7 dan ukuran 100  $>$  60  $>$  35 mesh. Kadar logam dalam sedimen sungai Citarum untuk semua stasiun setelah dibandingkan dengan baku mutu ANZECC masih di bawah ambang batas.

Kata Kunci : ICP-OES, logam berat, sedimen, sungai Citarum, validasi metode

**METHOD VALIDATION AND ANALYSIS OF As, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Se  
AND Zn METALS IN CITARUM RIVER SEDIMENT USING  
INDUCTIVELY COUPLED PLASMA – OPTICAL EMISSION  
SPECTROSCOPY (ICP-OES)**

Ari Nurachman  
15/383268/PA/16928

**ABSTRACT**

Study of method validation and analysis of As, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Se and Zn metals in Citarum river sediment using ICP-OES has been done. The Citarum river has experienced a decline in quality, pollutant containing heavy metals is one of many factors caused it. Heavy metals were easy to settle and unite with sediment in the waters. This research is aimed to validate the ICP-OES method in analyzing metals in sediment and to learn the effect of pH and particle size of sediment on metal concentration .

This research was begun with preparing the sediment through wet destruction method using HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> and HCl. Sediment were analyzed by ICP-OES, before application this method was first validated. The validation parameters were linearity, accuracy, precision and sensitivity through LoD and LoQ value. The effect of pH and size of sediment on metals concentration has been conducted. Variation of pH solutions used was 3,5 and 7. Variation of sediment size was 35, 60 and 100 mesh.

The analysis show that As, Cd, Cr, Cu, Mn, Ni, Se and Zn metal using ICP-OES at selected wavelength generated calibration curve with coefficient of correlation ( $r$ ) > 0.9977. The metals of Cr, Cu, Mn, Ni and Zn produces precise data characterized with percent of RSD <  $\frac{2}{3}$  CV Horwitz. The metals of As, Cr, Ni and Zn produce accurate data as shown by the recovery value of CRM > 80%. Analytical of As, Cr, Cu, Mn, Ni and Zn sensitivity is good, so that it can be applied for the determination of the metal content in the sediment, while for Cd and Se, it could not be detected in samples, probably due to cadmium and selenium's concentration in samples which are lower than the limit of detection. Metal concentrations in sediments are influenced by pH value and size of sediment. Metal concentrations in sediment Citarum river for all stations after being compared with the quality standard of ANZECC are still below the threshold values.

Keywords: Citarum river, heavy metals, ICP-OES, method validation, sediment