

ABSTRAK

Nikel (Ni), natrium (Na), dan timbal (Pb) sering ditemukan dalam Air Minum dalam Kemasan (AMDK) dan air limbah. Analisis logam-logam ini dengan Spektroskopi Serapan Atom batas deteksinya pada tingkatan ppm, padahal batas deteksi yang dibutuhkan adalah pada tingkatan ppb. Penelitian ini bertujuan memvalidasi metode *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy* (ICP-AES) untuk menganalisis kadar Ni, Na, dan Pb dalam AMDK dan air limbah.

Sampel AMDK dipersiapkan dengan filtrasi menggunakan kertas *millipore* DURAPORE ukuran 0,22 mm. Sampel air limbah didestruksi dengan digesti basah menggunakan HNO₃. Sampel dianalisis menggunakan ICP-AES. Validasi metode analisis dilakukan dengan membandingkan hasil penelitian terhadap beberapa parameter yang ditetapkan ICH, yang meliputi linieritas, sensitivitas, ketepatan, dan ketelitian.

Analisis Ni, Na, dan Pb menggunakan ICP-AES menghasilkan kurva kalibrasi linier, dengan koefisien determinasi (r^2) >0,997. Batas kuantitasi Ni, Na, dan Pb berturut-turut dalam AMDK dan air limbah adalah 0,0117; 2,9883; dan 0,7587 µg/mL serta 0,0080; 2,4280; dan 0,1366 µg/mL. Ketelitian ditinjau dari simpangan baku (RSD) lebih rendah dari batas yang ditentukan oleh RSD Horwitz (untuk Ni dan Pb <16%, untuk Na <8%). Akurasi dievaluasi dari persentase *recovery* berada pada rentang yang diperbolehkan (untuk Ni dan Pb antara 80-110%, untuk Na antara 90-107%) untuk AMDK, namun dalam air limbah terdapat data Na dan Pb di luar rentang akibat kemungkinan terjadinya *cross-interference*. Hasil validasi menunjukkan bahwa ICP-AES valid untuk analisis Ni dan Na dalam AMDK namun tidak untuk Pb karena LoQ yang melebihi batas kandungannya, sedangkan pada analisis air limbah ICP-AES baru tervalidasi untuk nikel dan tidak valid untuk analisis natrium dan timbal karena terdapat nilai perolehan kembali di luar rentang yang diterima.

Kata kunci: validasi, ICP-AES, air minum dalam kemasan, air limbah, nikel, natrium, timbal.

ABSTRACT

Nickel (Ni), sodium (Na), and lead (Pb) are often found in packaged drinking water (AMDK) and wastewater. Common analysis of these metals is carried out using Atomic Absorption Spectroscopy whose detection limit is at ppm level, whereas the required detection limit is at the ppb level. This study aims to validate the method of Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy (ICP-AES) to analyze the levels of Ni, Na, and Pb in AMDK and wastewater.

The AMDK sample was prepared by filtration using DURAPORE millipore paper of 0.22 mm size. Wastewater samples were destructed by wet digestion using HNO₃. Samples were then analyzed using ICP-AES. Validation of analytical method is being carried out by comparing the results of research to several parameters established by ICH, which includes linearity, sensitivity, accuracy, and precision.

Analysis of Ni, Na, and Pb using ICP-AES yields a linear calibration curve, with coefficient of determination (r^2) > 0.997. Quantitative limits of Ni, Na, and Pb respectively in AMDK and wastewater are 0.0117; 2.9883; 0.7587 µg/mL and 0.0080; 2.4280; 0.1366 µg/mL. The accuracy evaluated from value of standard deviation (RSD) is lower than the RSD limit specified by Horwitz (for Ni and Pb <16%, for Na <8%). The accuracy evaluated from the percentage of recovery is within the allowable range (for Ni and Pb between 80-110%, for Na between 90-107%) for AMDK, but in the wastewater there are data of Na and Pb outside of the range due to the possibility of cross-interference. Validation results indicate that ICP-AES is valid for Ni and Na analysis in AMDK but not for Pb due to its LoQ exceeding the specified limit of content, whereas in the wastewater analysis ICP has only been validated for nickel and invalid for sodium and lead analysis because of the presence of recovery data outside the acceptable range.

Keywords: validation, ICP-AES, packaged drinking water, wastewater, nickel, sodium, lead