



Verifikasi metode menggunakan *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) analisis kadar Natrium (Na) dalam bijih nikel

ANDI ANNA ZAIN DAN YULIANTI MALIK*

Program Studi Teknik Kimia Mineral, Politeknik Industri Logam Morowali, 94974, Indonesia

<p>Kata kunci: verifikasi, presisi, akurasi, linearitas, LoD & LoQ</p>	<p>ABSTRAK: Analisis kandungan natrium (Na) menggunakan AAS pada bijih nikel dengan metode standar Tiongkok (GB/T 6730.75-2017) perlu diverifikasi karena merupakan metode baru bagi beberapa laboratorium di Indonesia. Oleh karena itu, metode pengujian tersebut perlu diverifikasi agar memberikan hasil yang terpercaya. Parameter yang digunakan pada verifikasi metode ini antara lain: presisi, akurasi, linearitas serta LOD dan LoQ. Hasil penelitian yang telah dilakukan, menunjukkan bahwa uji presisi menghasilkan %RSD (0,012%) yang lebih kecil dari nilai $\frac{1}{2}$ CV Horwitz (1,837%) sehingga memenuhi syarat keberterimaan uji presisi. Uji akurasi menggunakan standar CRM 0.042%, diperoleh nilai %trueness sebesar 101,79% ($\pm 2\%$ dari nilai sebenarnya) yang juga memenuhi syarat keberterimaan. Hal yang sama ditemukan pada uji linearitas dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,9997 sementara nilai LoD dan LoQ masing-masing 0,0029% dan 0,0098% sehingga $LoD < LoQ$ yang juga memenuhi syarat nilai keberterimaan. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa, verifikasi metode GB/T 6730.75-2017 untuk parameter presisi, akurasi, linearitas, LoD dan LoQ telah memenuhi syarat keberterimaan atau terverifikasi.</p>
<p>Keywords: verification, precision, acuration, linearity, LoD and LoQ</p>	<p>ABSTRACT: Analysis of sodium (Na) content using AAS in nickel ore using the Chinese standard method (GB/T 6730.75-2017) needs to be verified because it is a new method for several laboratories in Indonesia. Therefore, the test method needs to be verified in order to provide reliable results. The parameters used in this verification method include: precision, accuracy, linearity and LOD and LoQ. The research results show that the precision test produces %RSD (0.012%) which is smaller than the $\frac{1}{2}$ CV Horwitz value (1.837%) so that it meets the acceptance requirements for the precision test. Accuracy testing using the CRM standard of 0.042%, obtained a %trueness value of 101.79% ($\pm 2\%$ of the actual value) which also meets the acceptance requirements. The same thing was found in the linearity test with a correlation coefficient (r) of 0.9997 while the LoD and LoQ values were 0.0029% and 0.0098% respectively so that $LoD < LoQ$ which also met the acceptance value requirements. Thus, it can be concluded that the verification method GB/T 6730.75-2017 for the parameters of precision, accuracy, linearity, LoD and LoQ has met the acceptance or verification requirements.</p>

1 PENDAHULUAN

Kualitas baja karbon rendah yang dihasilkan oleh industri pengolahan logam perlu ditunjang oleh penggunaan bahan baku yang dimiliki. Peninjauan kualitas bahan baku umumnya dilakukan melalui pengawasan oleh departemen atau divisi tertentu seperti *technical quality* yang juga dilakukan oleh salah satu departemen dalam kawasan industri logam Morowali. Kualitas bahan baku umumnya dilakukan melalui serangkaian pengujian atau karakterisasi material [1]. Bahan baku seperti *ore*, debu, kokas, batubara, batu kapur dan *slag* kualitasnya diperiksa dengan rangkaian pengujian dengan

berbagai metode baik metode analisis sederhana seperti titrimetri maupun analisis dengan spektometri yang menggunakan instrument. Komposisi, unsur, fasa termasuk sifat material dapat diuji menggunakan beberapa peralatan seperti: *X-Ray Fluorescence (XRF)*, *Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)*, *UV-VIS*, maupun alat uji mekanik seperti uji tarik dan sebagainya [2]. Pengujian tersebut umumnya dilakukan untuk mengetahui komposisi unsur utama di dalam bahan dan juga dapat bermanfaat untuk mengetahui kandungan unsur-unsur lainnya yang kemungkinan besar dapat mempengaruhi kualitas produk yang dihasilkan. Salah satu contohnya yakni pengujian bahan baku ore

* Corresponding Author: yulianti@pilm.ac.id

yang analisisnya tidak sekedar fokus pada kadar unsur utama seperti nikel dan besi tapi juga menganalisis kadar unsur lainnya seperti Na, Zn, Pb dan As. Hal ini karena, keberadaan unsur-unsur tambahan tersebut dapat mempengaruhi sifat bahan yang kemungkinan akan turut andil dalam proses pengolahan dan kualitas dari produk yang dihasilkan. Pada proses pembuatan baja penambahan natrium dapat mempengaruhi kualitas akhir produk, natrium dapat bertindak sebagai oksidator sulfur [3]. Hal ini menunjukkan pentingnya untuk menganalisis kandungan Na pada bahan baku yang akan digunakan dalam pembuatan baja karbon. Oleh karena itu, beberapa industri pada kawasan industri logam morowali juga melakukan pengujian kadar unsur natrium (Na) pada *ore*. Pengujian kadar Na dilakukan dengan menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) dan metode Standar Nasional Republik Tiongkok (GB/T 6730.75-2017).

Metode Standar Nasional Republik Tiongkok (GB/T 6730.75-2017) merupakan metode yang baru digunakan oleh analis/laboran khususnya tenaga kerja lokal sehingga sering ditemukan kendala dalam penggunaannya. Hal tersebut tentunya dapat mempengaruhi kinerja laboratorium, sehingga perlu untuk dilakukan validasi atau verifikasi metode. Verifikasi metode merupakan konfirmasi ulang untuk memastikan bahwa metode atau prosedur analisis yang digunakan memenuhi persyaratan. Selain itu, hasil dari verifikasi metode analisis juga dapat digunakan untuk menilai kualitas, reliabilitas dan konsistensi hasil analisis [4]. Verifikasi sebuah metode juga bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid dan sesuai dengan tujuan [5] dan membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja, karena setiap laboratorium yang berbeda memiliki kondisi dan kompetensi personil serta kemampuan peralatan yang berbeda pula sehingga kinerja antara satu laboratorium dengan laboratorium lainnya tidaklah sama. Tahapan kerja yang dilakukan dalam verifikasi sama dengan validasi, akan tetapi uji parameter yang dilakukan tidak selengkap ketika melakukan validasi [6]. Pada verifikasi metode analisa, parameter minimal yang wajib untuk diuji adalah presisi dan akurasi, parameter tambahan lainnya yang dapat diuji pada verifikasi metode seperti linearitas, Limit of Detection (LOD), Limit of Quantification (LOQ), spesifisitas dan robustness [7].

Dalam rangka mewujudkan hasil analisis laboratorium yang terpercaya serta membuktikan kompetensi analis/laboran terhadap penggunaan metode

pengujian kadar Na pada *ore* menggunakan Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) dengan Standar Nasional Republik Tiongkok (GB/T 6730.75-2017) maka dilakukan verifikasi pada metode tersebut. Beberapa parameter yang akan diverifikasi diantaranya: presisi, akurasi, linearitas, *limit of detection* (LoD) dan *limit of quantification* (LoQ). Parameter dalam melakukan verifikasi diantaranya mencakup 5 hal tersebut [8] [9]. Disamping itu, pemilihan kelima parameter juga disesuaikan dengan kondisi peralatan dan laboratorium yang digunakan dalam melakukan verifikasi metode tersebut [10].

2 METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Pada penelitian ini digunakan beberapa bahan baik bahan baku utama maupun bahan pendukung yang digunakan dalam proses pengambilan data. Bahan baku yang digunakan pada penelitian ini yaitu sampel *ore* dengan kode LT-SJK yang digunakan pada proses peleburan *Blast Furnace*. Bahan pendukung yang digunakan yakni: CRM Natrium 0,042% (GSB H 30005), CRM Natrium 0,057% (YSB X 11708), CRM Natrium 0,105% (GBW(E)070125), CRM Natrium 0,141% (YSBC 28786-2015), asam klorida (HCL), asam flourida (HFL) dan aquabides. Sementara peralatan yang digunakan berupa: AAS modek WFX-120A, beker PTFE, spatula, kuas, *bulb*, neraca analitik, pipet volume 10 ml, pipet tetes, *hot plate*, labu ukur plastik 100 ml, gegep besi, botol semprot, corong.

Cara Kerja

Langkah kerja yang dilakukan dalam rangka verifikasi metode analisis natrium (Na) dalam bijih nikel menggunakan Standar Nasional Republik Tiongkok (GB/T 6730.75-2017) yakni sebagai berikut:

Preparasi

Bahan berupa *ore* nikel, CRM 0,042%, dan CRM 0,141% dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105 °C selama 30 menit, kemudian dibilas menggunakan HCl dan diteruskan dengan pembilasan menggunakan aquabides. Selanjutnya sampel sebanyak 0,2 gram ditimbang untuk dimasukkan ke dalam beker plastic, kemudian ditambahkan HCL sebanyak 10 ml dan HFL sebanyak 5 ml. Sampel dan standar selanjutnya dipanaskan hingga kering. Setelah itu, ditambahkan HCL sebanyak 5 ml kemudian dipanaskan kembali hingga benar-benar kering, setelah itu ditambahkan lagi dengan HCL sebanyak 5 ml dan aquabides 40 ml, lalu dipanaskan

selama 2 menit. Sampel dan standar kemudian didinginkan dan diencerkan dalam labu 100 ml.

Pengujian Presisi (Ketepatan)

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi dapat dibagi dalam dua kategori yaitu keterulangan atau riptabilitas (*repeatability*) dan ketertiruan (*reproducibility*) [11]. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui ketelitian instrumen AAS dalam menganalisis kadar natrium menggunakan metode *repeatability*. Pengujian dilakukan oleh analis, peralatan serta metode pengujian yang sama dalam waktu yang berdekatan. Rentang waktu yang digunakan untuk setiap data selama 30 menit. Pengujian sampel dilakukan sebanyak 8x pengulangan, kemudian dihitung rata-rata kadar natrium yang diperoleh. Setelah itu dilanjutkan dengan penentuan standar deviasi dan presentase standar deviasi relative menggunakan rumus: [12][6]

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1)$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2)$$

Hasil perhitungan standar deviasi relative nantinya akan dibandingkan dengan nilai CV Horwitz [6], untuk menentukan syarat keberterimaan nilai presisi menggunakan persamaan:

$$CV \text{ Hortwitz} = 2^{(1-0,5 \log c)} \quad (3)$$

$$\frac{1}{2} CV \text{ Hortwitz} = \frac{1}{2} (2^{(1-0,5 \log c)}) \quad (4)$$

dengan syarat keberterimaan uji presisi dengan metode *repeatability* yakni:

$$\%RSD \leq \frac{1}{2} CV \text{ Hortwitz} \quad (5)$$

Pengujian Akurasi

Akurasi atau kecermatan merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Pengujian dapat dilakukan dengan menggunakan sampel yang telah diketahui nilainya sebenarnya seperti CRM (*Certified Reference Method*) [12][13]. Pada penelitian ini, akurasi diuji menggunakan sampel standar CRM 0,042% dan CRM 0,141%. Pengujian akurasi dilakukan sebanyak 8x pengulangan. Data yang diperoleh selanjutnya dianalisis untuk menentukan *%trueness* dan membandingkannya dengan ketentuan sebagai syarat keberterimaan keakurasian pen-

gujian yang dilakukan. Perhitungan *%recovery* atau *%trueness* menggunakan persamaan berikut [13]:

$$\%Trueness = \frac{\text{konsentrasi yang terukur}}{\text{konsentrasi pada CRM}} \times 100 \quad (6)$$

Pengujian Linearitas

Linieritas merupakan metode analisis yang menunjukkan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil uji. Dapat dilakukan dengan definisi transformasi matematis yang baik, proporsional dengan konsentrasi analit dalam sampel pada range tertentu. Linearitas diuji secara informal dengan membuat plot residual yang dihasilkan oleh regresi linier pada respon konsentrasi dalam satu seri kalibrasi. Linieritas harus dievaluasi dengan pemeriksaan visual terhadap plot absorbansi yang merupakan fungsi dari konsentrasi analit. Jika hubungannya linier, hasil uji dievaluasi lebih lanjut secara statistik dengan perhitungan garis regresi [12][14]. Linearitas diuji menggunakan sampel CRM 0,141 dengan 4 (empat) Tingkat variasi konsentrasi yakni 0,000%; 0,0705%; 0,1058% dan 0,1198%. Tahapan yang dilakukan yaitu, menyiapkan labu pengencer 100 ml sebanyak 4 buah, kemudian masukkan sampel ke masing-masing labu sebanyak 0 ml, 50 ml, 75 ml dan 80 ml. Pengujian dilakukan pada sampel menggunakan AAS, data yang diperoleh selanjutnya dianalisis dalam kurva kalibrasi.

Pengujian Limit of Detection (LoD) dan Limit of Quantity (LoQ)

Batas deteksi (LoD) adalah nilai analit terendah yang dapat dibaca oleh instrumen. Batas deteksi menggambarkan konsentrasi analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur. Batas kuantitasi atau limit of quantity (LoQ) merupakan parameter dalam analisis mikroskopis dan didefinisikan sebagai jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih memenuhi kriteria presisi dan akurasi [15] [16]. Dalam analisis batas deteksi (*limit of detection /LoD*) dan batas kuantifikasi (*limit of quantity/LoQ*) digunakan cara yang sama.

Pengujian ini dilakukan menggunakan sampel standar CRM 0,141% yang dianalisis menggunakan AAS sebanyak 8x (depan kali) dan nilai LoD dan LoQ dihitung menggunakan rumus [12]:

$$LOD = \frac{3 \times S(Y/X)}{\text{slope}} \quad (7)$$

$$LOQ = \frac{10 \times S(Y/X)}{\text{slope}} \quad (8)$$

3 HASIL DAN PEMBAHASAN

Verifikasi metode analisis natrium menggunakan *Atomic Absorbtion Spectrophotometer (AAS)* dengan

model WFX-120A nomor TQHY-B033 dengan Standar Nasional Republik Tiongkok (GB/T 6730.75-2017) dimulai dengan pengambilan data pada setiap parameter verifikasi yang akan diuji kemudian dianalisis untuk diketahui hasil yang diperoleh memenuhi syarat keberterimaan atau tidak. Berdasarkan hasil analisis yang dilakukan, diperoleh hasil pada setiap parameter adalah sebagai berikut:

Presisi

Berdasarkan hasil analisis untuk uji presisi *repeatability* pada sampel dengan kode LT-SJK diperoleh hasil yang ditampilkan pada Tabel 1 berikut:

Tabel 1. Hasil analisis uji presisi menggunakan metode (GB/T 6730.75-2017) pada sampel dengan kode LT-SJK

Sampel LT-SJK	
Pengulangan	% Na
1	0.045
2	0.044
3	0.045
4	0.045
5	0.044
6	0.045
7	0.044
8	0.044
Jumlah	0.356
Rata-rata	0.045
SD	0.001
RSD%	0.012
½ CV Horwitz(%)	1.837

Diketahui bahwa syarat keberterimaan presisi yaitu: %RSD < 2% dan %RSD < ½ CV Horwitz, berdasarkan data pada tabel tersebut diperoleh 0.012% < 1.837. Uji presisi *repeatability* suatu metode dapat diterima apabila nilai %RSD yang diperoleh lebih kecil dari ½ CV Horwitz [8]. Penentuan presisi juga dapat ditentukan dengan nilai %RSD < 2% [3]. Berdasarkan data hasil pengujian presisi diperoleh nilai %RSD sebesar 0.012% dan nilai CV Horwitz sebesar 1.837%. Hal ini membuktikan bahwa penggunaan instrumen AAS memiliki tingkat ketelitian yang baik karena telah memenuhi syarat keterterimaan nilai %RSD yang lebih kecil dari nilai ½ CV Horwitz dan %RSD < 2%. [13][14]

Akurasi

Penentuan akurasi pada penelitian ini dilakukan menggunakan sampel CRM 0.042% dan 0.141% sebanyak 8 kali pengulangan. Data pengamatan pada Tabel 2, selanjutnya dianalisis dengan persamaan (6), diperoleh hasil sebagai berikut:

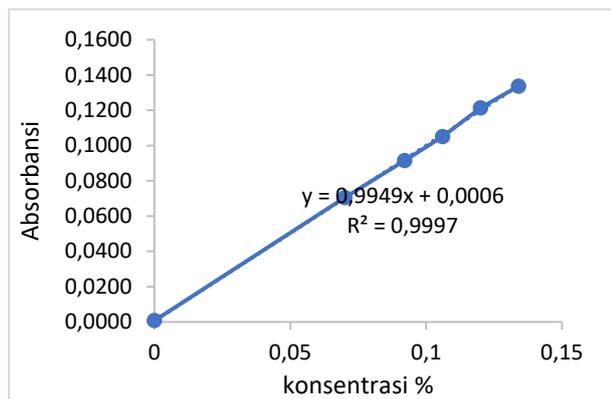
Tabel 2. Hasil analisis uji akurasi menggunakan metode (GB/T 6730.75-2017) dengan CRM 0.042 dan CRM 0.141

Pengulangan	CRM 0.042(%)	Nilai (%)	% Trueness
1	0.042	0.044	104.76
2	0.042	0.042	100.00
3	0.042	0.043	102.38
4	0.042	0.041	97.62
5	0.042	0.044	104.76
6	0.042	0.045	107.14
7	0.042	0.039	92.86
8	0.042	0.044	104.76
Rata-rata			101.79
Pengulangan	CRM 0.042 (%)	Nilai (%)	% Trueness
1	0.141	0.141	100.00
2	0.141	0.136	96.45
3	0.141	0.141	100.00
4	0.141	0.140	99.29
5	0.141	0.142	100.71
6	0.141	0.142	100.71
7	0.141	0.141	100.00
8	0.141	0.139	98.58
Rata-rata		0.140	99.47

Penentuan akurasi yang baik harus menggunakan CRM sebagai bahan acuan yang bersertifikat sehingga dalam pengujian ini digunakan CRM 0.042% dan CRM 0.141%. Nilai akurasi didapatkan dengan membandingkan nilai hasil pengujian dengan nilai sebenarnya yang dinyatakan dalam %*trueness*. Kadar analit 10% - 100% nilai presentasi akurasi yang diperbolehkan yaitu 98% – 102% [12][13][10]. Berdasarkan data hasil pengujian analisis natrium menggunakan CRM 0.042% dan CRM 0.141% diperoleh nilai %akurasi yaitu masing-masing 101.79% dan 99.47%, sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil pengukuran instrumen AAS memiliki tingkat akurasi yang baik atau memenuhi syarat keberterimaan.

Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel [8]. Koefisien kolerasi dan koefisien determinan ditentukan dengan kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi dari pembacaan instrumen dibuat sebagai sumbu y. Linearitas metode dapat diterima apabila nilai koefisien determinan (nilai R²) yang ditunjukkan sebesar <0,997 mendekati 1. Penentuan linearitas dilakukan menggunakan standar CRM 0.141% dengan 8 (delapan) kali pengulangan dengan variasi 6 konsentrasi. Absorbansi sampel yang diperoleh ditampilkan dalam bentuk grafik seperti pada gambar berikut:



Gambar 1. Grafik linearitas CRM 0.141%

Parameter ini dihitung melalui data pengamatan pada Tabel 3 berikut:

Tabel 3. Hasil analisis uji linearitas menggunakan CRM 0.141%

No	X	X ²	Y	Y ²	XY
1	0.000	0.0000	0.0007	0.0000	0.0000
2	0.070	0.0049	0.0705	0.0050	0.0049
3	0.092	0.0085	0.0914	0.0084	0.0084
4	0.106	0.0112	0.1050	0.0110	0.0111
5	0.120	0.0144	0.1214	0.0147	0.0146
6	0.134	0.0570	0.1337	0.0179	0.0179
Total	0.522	0.0570	0.05227	0.0570	0.0570
		σ			0.0006
		b			0.9949
		r			0.9998

Berdasarkan hasil pengujian analisis natrium menggunakan CRM 0.141% diperoleh nilai koefisien determinasi sebesar 0.9997 dimana konsentrasi yang digunakan terdapat 6 variasi konsentrasi sehingga dapat disimpulkan nilai linearitas pada penelitian ini sudah memenuhi persyaratan keberterimaan [17].

Limit Of Detection (LOD) dan Limit of Quantity (LoQ)

Uji keberterimaan untuk LoD dan LoQ ditentukan secara statistic garis regresi linear dari kurva kalibrasi dengan 6 (enam) kali pengulangan menggunakan standar CRM 0.141%. Hasil analisis dapat dilihat pada Tabel 4.

LoD atau limit deteksi merupakan batas terkecil nilai konsentrasi analit yang dapat dideteksi oleh alat tanpa memperhatikan presisi dan akurasi dari pengujian tersebut [9]. Batas terendah yang masih dapat diterima oleh alat dapat ditentukan dengan nilai LOD yang didapatkan lebih kecil dari konsentrasi kadar sampel yang sebenarnya dan syarat keterterimaan nilai LOD yakni lebih kecil dibandingkan dengan LOQ [15]. Batas deteksi yang

diperoleh dari analisis natrium menggunakan CRM 0.141% diperoleh nilai LOD yaitu 0.0029%. Nilai yang dihasilkan batas deteksi (LoD) baik karena syarat keberterimaan nilai LoD lebih kecil dari konsentrasi kadar sampel yang sebenarnya dan lebih kecil dibandingkan LoQ.

Tabel 4. Hasil analisis uji LoD dan LoQ menggunakan sampel CRM 0.141%

X	y _i	y	y-y _i	(y-y _i) ²
0.000	0.0007	0.0006	-0.0001	0.00000001
0.070	0.0705	0.0702	-0.0003	0.00000007
0.092	0.0914	0.0921	0.0007	0.00000053
0.106	0.1050	0.1061	0.0011	0.00000112
0.120	0.1214	0.1200	-0.0014	0.00000199
0.134	0.1337	0.1339	0.0002	0.00000005
Total				0.00000377
Persamaan regresi linear				0.9949x + 0.0006
S(y/x) ²				0.00000094
S(y/x)				0.00097122
Nilai LOD				0.0029
Nilai LOQ				0.0098

Limit of quantity atau limit kuantitasi merupakan batas terkecil yang terdeteksi oleh alat dalam tingkat kecermatan yang baik. Limit kuantitasi bertujuan untuk mengetahui nilai konsentrasi terkecil yang dapat dideteksi alat dan dengan nilai tersebut dapat memberikan tingkat ketelitian oleh analis, oleh karena itu LoD dan LoQ merupakan parameter yang penting dalam proses verifikasi karena dapat menentukan nilai terkecil yang dapat dibaca oleh alat. Nilai LoQ dikatakan baik jika nilai konsentrasi sampel yang diuji lebih besar dibandingkan nilai LoQ, sehingga dapat diterima dalam akurasi dan presisi. Berdasarkan data hasil pengujian analisis natrium menggunakan CRM 0.141% didapatkan nilai LoQ sebesar 0.0098%, hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa nilai LoQ telah memenuhi syarat keberterimaan karena nilai konsentrasi sampel berada diatas nilai LoQ. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa instrumen memiliki respon dengan tingkat akurasi yang baik [16].

4 KESIMPULAN

Hasil analisis yang telah dilakukan terhadap parameter verifikasi baik presisi, akurasi, linearitas serta LoD dan LoQ diketahui bahwa, uji presisi diperoleh nilai %RSD sebesar 0,012% sedangkan 1/2 CV Horwitz sebesar 1.837%, yang memenuhi syarat keberterimaan (%RSD ≤ 1/2 CV Horwitz dan %RSD < 2%). Pada uji akurasi dilakukan perbandingan terhadap standar CRM 0.042% dan CRM 0.141% diperoleh %trueness masing-masing sebesar 101.79% dan

99.47% ($\pm 2\%$ dari nilai sebenarnya), sementara untuk parameter linearitas diperoleh nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0.9997, kemudian untuk nilai LoD dan LoQ masing-masing diperoleh sebesar 0.0029% dan 0.0098% (LoD < LoQ). Berdasarkan hasil tersebut maka disimpulkan bahwa verifikasi metode analisis natrium menggunakan Atomic Absorbtion Spectrophotometer (AAS) dengan metode satandar GB/T 6730.75-2017 pada ore dari PT. Dexin Steel Indonesia untuk nilai pressi, akurasi, linearitas serta LoD dan LoQ memenuhi syarat keberterimaan atau terverifikasi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih diberikan kepada seluruh pihak yang telah memfasilitasi dan membantu terlaksananya penelitian tentang verifikasi analisis narium alam bijih nikel, khususnya kawasan industri PT IMIP.

REFERENSI

- [1] Setiabudi, Agus; Hardian, Rifan; Muzakir, Ahmad, "Karakterisasi Material: Prinsip dan Aplikasinya dalam Penelitian Kimia", UPI Press, 2012.
- [2] Widyastuti; Hosta Ardhyanta; Haryati Purwaningsih; Ridho Ma'rif Uluq, "Karakterisasi Material Bagian 1: Komposisi, Topografi dan Sifat Material", ITS Press, Surabaya,
- [3] Malau, "Pengetahuan Bahan Teknik dan Manufaktur", 1999.
- [4] P. S. Dwantari and M. Arsyansyah, "Analisa Kesadahan Total, Logam Timbal (Pb), dan Kadmium (Cd) Dalam Air Sumur dengan Metode Titrasi Kompleksometri dan Spektrofotometri Serapan Atom," JCA (Indonesian Journal of Chemical Analysis, vol. 2, 2019.
- [5] Riyanto, "Validasi dan Verifikasi Metode Uji sesuai ISO/IEC 17025 Laboratorium pengujian dan Kalibrasi", 2019.
- [6] Saqila A. Ramadhan, Ida Musfiroh, "Review Artikel: Verifikasi Metode Analisis Obat", Fermaka, Volume 19. No,or 3, 2021.
- [7] ICH Harmonised Tripartite Guideline: Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology Q2 (R1). https://www.ema.europa.eu/en/documents/scientificguideline/ich-q-2-r1-validation-analyticalprocedures-text-methodology-step-5_en.pdf, 2005.
- [8] R. Kartika, "Verifikasi dan Validasi Metode Uji Kualitas Udara", Samarinda: Penerbit KBM Indonesia, 2021.
- [9] S. A. H. M. d. D. Cahyadi, "Validasi Metode Pengujian Kandungan Kalsium, Magnesium dan Seng Dalam Pemulas dengan Spektrometri Serapan Atom (SSA) Menggunakan Teknik Pelarutan Langsung oleh Xilena," vol. 1, pp. 99-106, 2021.
- [10] S. A. Nur, "Validasi Metode Uji Mangan (Mn) dalam Tanah secara Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP) Menggunakan ICP-OEC di PT Karsa Buana Lestari Jakarta," 2020
- [11] D. I. H. a. M. A. Cahyadi, "Verifikasi Pengujian Kandungan Perak Nitrat Dalam Tinta Pemilu Dengan Titrasi Argentometri Metode Volhard," in Pertemuan Dan Presentasi Ilmiah Standardisasi, 2019.
- [12] D. a. D. I. K. Sumarno, "Penentuan Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi Untuk Analisis Logam Timbal (Pb) Dalam Air Tawar Menggunakan Alat Spektrofotometer Serapan Atom," Jurnal Balitbang KKP , vol. 16, pp. 7-11, 2018.
- [13] D. D. Permatasari, "Validasi Metode Pengujian Fe Pada Tepung Terigu dengan Variasi Destruksi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)," Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta, 2020.
- [14] F. Lavenda, "Verifikasi Metode Uji Logam Kobal, Kadmium, Besi, Mangan, dan Arsen Pada Contoh Air Sungai Di Laboratorium Lingkungan PT. Sucofindo (Persero) Cabang Surabaya," 2020.
- [15] Mulhaquddin, "Validation Method," in Diklat Validasi Metode Baristand Industri Ambon, Ambon, 2014.
- [16] M. A. M. S. R. a. S. N. Bouchard, "SO 9516-1 Simplified Borate Fusion/WDXRF Analytical Method for Iron Ore Including Total Iron Analysis: Part 2,," Powder Diffraction 29, vol. 2, p. 170-75, 2014.
- [17] Harmita, ""Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Dan Cara Perhitungannya," Majalah Ilmu Keefarmasian 1, vol. 3, p. 117-35, 2004.