

p-ISSN : 1411-7703  
e-ISSN : 2746-2625

## ***LIMIT OF DETECTION (LOD) AND LIMIT OF QUANTITATION (LOQ) OF DR 1900 SPECTROPHOTOMETER FOR DYES ANALYSIS***

### **BATAS DETEKSI (LOD) DAN BATAS KUANTITASI (LOQ) SPEKTROFOTOMETER DR 1900 UNTUK ANALISIS ZAT WARNA**

**Wijayanti Wijayanti<sup>1\*</sup>, Siti Rochmah<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Department of Plastic and Rubber Processing Technology, Politeknik ATK Yogyakarta, Yogyakarta, Indonesia, Indonesia

<sup>2</sup>Politeknik Kesehatan Kemenkes Yogyakarta, Yogyakarta, Indonesia

\*korespondensi: wijayanti@atk.ac.id

#### **Abstract:**

Dyes is not easily degraded in the environment. It can be causing environmental pollution. The concentration of these dyes must be monitored when using it in a process. The most common method to measuring dye's concentration is spectrometry, such as using dr 1900 spectrophotometer. There for, it necessary to know the limit of detection (lod) and limit of quantitation (loq) of the spectrophotometer. This study aims to determine the ability of the dr 1900 spectrophotometer to analyze ay-25 by determining the lod dan loq values. The results showed that the lod value was 0.01871 mg/l and the loq was 0.02308 mg/l. This means that dr 1900 spectrophotometer is capable pf providing a response for the analysis of ay-25 dye with a minimum analyte amount of 0.01871 mg/l, and if the measurement f ay-25 dye using the dr 1900 spectrophotometer show a value of 0.02308 mg/l or higher, then the mausrement results are considered to have a good accuracy and precision.

**Key words** : dr 1900 spectrophotometer, limit of detection, limit of kuantitasi, dye

#### **Intisari:**

Zat warna merupakan salah satu zat yang berpotensi mencemari lingkungan karena tidak mudah terdegradasi di lingkungan, sehingga harus selalu dipantau konsentrasinya apabila sebuah proses menggunakan zat warna. Metode pengukuran zat warna yang umum dilakukan adalah dengan metode spektrometri, diantaranya menggunakan spektrofotometer DR 1900. Oleh karena itu, perlu diketahui nilai batas deteksi dan batas kuantitasi dari spektrofotometer tersebut. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kemampuan alat spektrofotometer DR 1900 dalam melakukan analisis zat warna AY-25 yaitu dengan cara menentukan nilai limit deteksi dan kuantitasi dari spektrofotometer yang digunakan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai LoD 0,01871 mg/L

p-ISSN : 1411-7703  
e-ISSN : 2746-2625

dan nilai LoQ 0,02308 mg/L. Hal ini berarti bahwa alat spektrofotometer DR 1900 mampu memberikan respon untuk analisis zat warna AY-25 dengan jumlah analit terkecil 0,01871 mg/L dan jika pengukuran zat warna AY-25 menggunakan Spektrofotometer DR 1900 menghasilkan nilai 0,02308 mg/L atau lebih, maka hasil pengukuran tersebut dianggap nilai akurasi dan presisinya baik.

**Kata kunci** : spektrofotometer Dr 1900, batas deteksi, batas kuantitasi, zat warna ay-25.

## **Pendahuluan**

Limbah berwarna adalah salah satu potensi pencemar lingkungan yang berasal dari kegiatan industri. Zat warna yang terkandung dalam limbah sulit terdegradasi karena sifatnya yang cenderung stabil terhadap cahaya dan pengoksidasi [1] dan beberapa zat warna memiliki potensi toksisitas [2]. Zat warna yang masuk ke perairan dapat menyebabkan terjadinya gangguan ekologi akibat tidak maksimalnya sinar matahari yang masuk ke badan air tersebut [3–5]. Contoh zat warna yang biasa digunakan adalah zat warna anionik *Acid Yellow 25* (AY-25) dalam industri tekstil dan penyamakan kulit.

Analisis zat warna dengan metode spektrofotometri sudah banyak dilakukan. Metode spektrofotometri banyak dipilih karena cara kerja yang mudah dan tidak memerlukan banyak preparasi, khususnya untuk zat warna. Sebuah penelitian telah dilakukan terkait validasi metode analisis zat warna Rhodamin B dalam saos makanan dengan metode spektrofotometri yang menghasilkan nilai LOD 0,1121 mg/kg jika menggunakan pelarut metanol dan LOD 0,1685 mg/kg jika menggunakan pelarut etanol. Hasil pengujian dengan replikasi menunjukkan secara berturut-turut bahwa kandungan Rhodamin B adalah 2,4811 mg/L dan 2,4218 mg/L [6]. Penelitian lain juga menunjukkan bahwa metode spektrofotometri untuk pengukuran kandungan tablet prednisolon yang mengandung zat warna telah tervalidasi dengan nilai koefisien korelasi 0,9997, nilai perolehan kembali 99,45 % [7].

Penelitian ini difokuskan untuk mengetahui kemampuan alat spektrofotometer DR 1900 dalam melakukan analisis zat warna AY-25 yaitu dengan cara menentukan nilai limit deteksi dan kuantitasi dari spektrofotometer yang digunakan. Limit deteksi (LoD) merupakan parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat untuk mengukur sejumlah analit tertentu [8]. Sementara itu, limit kuantitasi (LoQ) merupakan jumlah analit terkecil dalam suatu sampel yang masih dapat diukur dengan akurat dan presisi oleh suatu alat [9]. Penentuan LoD dan LoQ dapat dilakukan dengan 3 cara, yaitu *signal to noise*, penentuan blanko, dan kurva kalibrasi [10]. Penelitian ini menggunakan blanko, yaitu dengan cara mengukur nilai absorbansi blanko dengan menggunakan alat sebanyak minimal 7 kali perulangan.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan batas deteksi dan batas kuantitasi pada analisis zat warna *Acid Yellow 25* menggunakan spektrofotometer DR 1900.

## **Metode Penelitian**

### ***Alat dan Bahan***

p-ISSN : 1411-7703  
e-ISSN : 2746-2625

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi Spektrofotometer Sinar Tampak DR 1900, neraca analitik, dan peralatan gelas. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah zat warna *Acid Yellow 25* dan akuades.

#### ***Pembuatan Larutan Induk AY-25 1000 mg/L***

Sebanyak 0,010 g zat warna AY-25 dimasukkan ke dalam *beaker glass* 100 mL dengan pelarut akuades kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditepatkan pada tanda tera.

#### ***Pembuatan Larutan Standar AY-25 100 mg/L***

Sebanyak 10 mL larutan induk AY-25 1000 mg/L dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL kemudian ditepatkan volumenya dengan akuades dan dihomogenkan

#### ***Pembuatan Deret Standar dan Kurva Kalibrasi***

Sebanyak 1,25; 2,5; 5; 10; 10; 15; dan 25 mL larutan standar AY-25 dipipet kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 25 mL. Langkah selanjutnya adalah menambahkan akuades hingga tanda tera untuk mendapatkan deret larutan baku 5, 10, 20, 40, 60, 80, dan 100 mg/L. Larutan kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 393 nm. Data absorbansi larutan standar digunakan untuk menentukan kurva kalibrasi larutan AY-25, linieritas, LOD, dan LOQ.

#### ***Teknik Analisis Data***

##### ***Uji linieritas***

Uji linieritas ditentukan dengan persamaan regresi linier  $y = ax \pm b$  dan nilai  $r^2$  dari 10 kali pengulangan pengukuran absorbansi kurva standar [11].

##### ***Uji batas deteksi dan kuantifikasi***

Batas deteksi (LoD) adalah jumlah terkecil analit dalam suatu sampel yang dapat terdeteksi. Sementara itu, batas kuantifikasi (LoQ) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi sesuai. Uji LOD dan kuantifikasi diperoleh dari data absorbansi yang dilakukan sebanyak 7 kali kemudian ditentukan deviasi standarnya.

$$\text{LoD} = \text{nilai rata - rata blangko} + 3\text{SD} \quad (1)$$

$$\text{LoQ} = \text{nilai rata - rata blangko} + 10\text{SD} \quad (2)$$

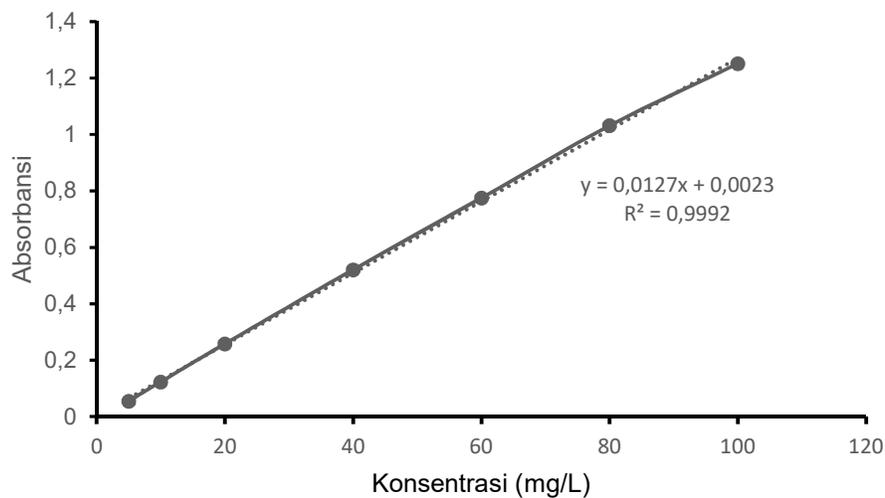
## **Hasil Dan Pembahasan**

### ***Uji linieritas***

Uji linieritas digunakan untuk mengevaluasi kemampuan suatu standar dalam mendeteksi analit. Metode spektrofotometri menggunakan deret standar untuk menentukan konsentrasi analit dalam suatu sampel. Hasil pengujian penentuan panjang gelombang optimum untuk pengukuran deret standar zat warna AY-25 menggunakan spektrofotometer adalah 393 nm. Hasil serapan deret standar yang membentuk garis lurus menyatakan hubungan konsentrasi zat dalam standar dengan serapan dari instrumen.

**Tabel 1.** Pembuatan Kurva Standar

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi rata – rata
5	0,0553
10	0,1238
20	0,2582
40	0,5211
60	0,7751
80	1,0317
100	1,2515



**Gambar 1.** Kurva Standar Pengujian AY-25

Pengukuran absorbansi dengan pengulangan menghasilkan kurva standar dengan persamaan regresi linier  $y = 0,0127x + 0,0023$  dengan nilai koefisien korelasi 0,9992 sesuai yang tertera pada Gambar 1. Koefisien korelasi minimum untuk memenuhi syarat keberterimaan adalah  $\geq 0,9950$ . Penelitian ini menghasilkan koefisien korelasi 0,9992 sehingga menyatakan adanya korelasi yang kuat antara absorbansi (y) dengan konsentrasi zat warna AY-25 (x). Nilai intersep menyatakan pengaruh matriks, sehingga semakin besar nilai intersep, maka semakin besar pula pengaruh matriks terhadap pengukuran sampel, sehingga idealnya nilai intersep adalah nol [12]. Penelitian ini menghasilkan nilai intersep 0,0023. Sementara itu, nilai kemiringan/*slope* menunjukkan sensitivitas suatu metode [13]. Semakin besar nilai kemiringan, maka semakin besar sensitifitas metode tersebut. Nilai kemiringan dalam penelitian ini adalah 0,0127.

**Tabel 2.** Penentuan Batas Deteksi Dan Batas Kuantitasi

Ulangan	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
1	0,0003	0,0178
2	0,0002	0,01609
3	0,0003	0,01769
4	0,0002	0,01693
5	0,0002	0,01636
6	0,0002	0,01665
7	0,0002	0,01634
Rerata		0,0168
SD		0,0006246
LoD		0,018711034
LoQ		0,023083448

Batas deteksi adalah konsentrasi analit yang masih dapat dibaca oleh alat, namun tidak selalu dapat dibaca dengan nilai sebenarnya. Sementara itu, limit kuantitasi merupakan jumlah analit terkecil dalam suatu contoh yang dapat ditentukan nilai sebenarnya secara teliti dan tepat.

Hasil perhitungan pada Tabel 2 menunjukkan bahwa alat spektrofotometer DR 1900 mampu memberikan respon untuk analisis zat warna AY-25 dengan jumlah analit terkecil 0,01871 mg/L. Hal ini berarti apabila konsentrasi analit < 0,01871 mg/L maka hasil pembacaan tidak dapat dianggap sebagai konsentrasi analit yang sesungguhnya, melainkan akan terbaca sebagai *noise* oleh spektrofotometer DR 1900. Sementara itu, diperoleh nilai limit kuantitasi sebesar 0,02308 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa jika alat spektrofotometer DR 1900 menghasilkan pengukuran analit > 0,02308 mg/L pada pengujian AY-25 maka hasil pengujian tersebut dapat dikuantitasi dengan baik atau nilai akurasi dan presisinya dapat diterima, sedangkan jika lebih kecil dari nilai tersebut maka hasil pengujian tidak dapat dikuantitasi dengan baik.

## Kesimpulan

Penelitian ini menghasilkan nilai batas deteksi Spektrofotometer DR 1900 untuk pengujian zat warna AY-25 adalah 0,01871 mg/L. Hal ini berarti bahwa alat spektrofotometer DR 1900 mampu memberikan respon untuk analisis zat warna AY-25 dengan jumlah analit terkecil 0,01871 mg/L. Sementara itu, batas kuantitasi yang diperoleh pada penelitian ini adalah 0,02308 mg/L yang berarti jika pengukuran zat warna AY-25 menggunakan Spektrofotometer DR 1900 menghasilkan nilai 0,02308 mg/L atau lebih, maka hasil pengukuran tersebut dianggap nilai akurasi dan presisinya baik.

p-ISSN : 1411-7703

e-ISSN : 2746-2625

## Daftar Pustaka

- [1] Li, Y., Gao, H., Wang, C., Zhang, X., and Zhou, H., "One-step fabrication of chitosan-Fe (OH)<sub>3</sub> beads for efficient adsorption of anionic dyes", *Int. J. Biol. Macromol.*, 117, pp. 30–41, 2018.
- [2] Rosales, E., Pazos, M., and Sanromán, M. A., "Comparative efficiencies of the decolourisation of leather dyes by enzymatic and electrochemical treatments", Vol 278 (1–3), pp.312–317, 2011.
- [3] Ma, H., Kong, A., Ji, Y., He, B., Song, Y., and Li, J., "Ultrahigh adsorption capacities for anionic and cationic dyes from wastewater using only chitosan", *J. Clean. Prod.*, Vol 214, pp.89–94, 2019.
- [4] Auta, M., and Hameed, B. H., "Coalesced chitosan activated carbon composite for batch and fixed-bed adsorption of cationic and anionic dyes", *Colloids Surfaces B Biointerfaces*, Vol 105, pp.199–206, 2013.
- [5] Mais, L., Vacca, A., Mascia, M., Usai, E. M., Tronci, S., and Palmas, S., "Experimental study on the optimisation of azo-dyes removal by photo-electrochemical oxidation with TiO<sub>2</sub> nanotubes", *Chemosphere*, Vol 248, pp.125938, 2020.
- [6] Rohyami, Y., Ratri, H. P., Wihyarti, "Validasi Metode Penentuan Rhodamin B dalam Contoh Saos secara Spektrofotometri UV-Vis dengan Dua Variasi Pelarut", *Ind. J. Chem. Anal.*, Vol 01, pp.20 – 28, 2018.
- [7] Helwandi, I. R., "Validasi Metode Spektrofotometri Uv-Vis Analisis Tiga Panjang Gelombang untuk Penetapan Kadar Tablet Prednison yang Mengandung Zat Pewarna", *Skripsi*, Fak. Farmasi, Universitas Airlangga, Surabaya, 2016.
- [8] Sumarno, D., Kusumaningtyas, D. I., "Penentuan Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi untuk Analisis Logam Timbal (Pb) dalam Air Tawar Menggunakan Alat Spektrofotometer Serapan Atom", *Buletin Teknik Litkayasa*, Vol 16 (1), pp. 7 – 11, 2018.
- [9] Torowati, Galuh, B. S., "Penentuan Nilai Limit Deteksi dan Kuantisasi Alat Titrasi Potensiometer untuk Analisis Uranium", *Majalah PTBN*, Vol 13, pp. 9 – 15, 2014.
- [10] Riyanto, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish, 2002
- [11] Padmaningrum, R. T., Marwati, S., "Validasi Metode Analisis Siklamat Secara Spektrofotometri dan Turbidimetri", *J. Sains Dasar*, Vol 4 (1), pp.23 – 29, 2015.
- [12] Wrdhani, D. S., Nurbayanti, I., "Uji Linieritas Kurva Kalibrasi Deret Standar N-NH<sub>3</sub> pada Rentang Konsentrasi yang Berbeda secara Spektrofotometri", *Buletin Teknik Litkayasa Akuakultur*, Vol 17 (1), pp.5 – 8, 2019.
- [13] Chan, C.C., Le, Y. C., Lam, H., Zhang, X. M., *Analytical Method Validation and Instrument Performance Vaerification*, New Jersey: Willey & Sons, 320, 2004.