

Validasi Metode Analisis Penentuan Kadar Logam Berat Pb, Cd dan Cr Terlarut dalam Limbah Cair Industri Tekstil dengan Metode Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry Prodigy7

Arif Susanto^{1,2}, Tri Mulyani², dan Sandi Nugraha^{2,3}

¹Green Technology Research Center, Program Doktor Ilmu Lingkungan Universitas Diponegoro; e-mail: arifssnt@yahoo.com

²Program Studi Teknik Lingkungan, Fakultas Teknik Sipil dan Perencanaan Universitas Kebangsaan RI

³Research and Development, PT. Kimia Farma (Persero) Tbk

ABSTRAK

Konsep pembangunan secara berkelanjutan diperlukan seiring dengan perkembangan industri. Aktivitas industri menghasilkan limbah buangan yang harus diolah sebagai salah satu konsep penerapan pembangunan berkelanjutan. Kehadiran logam berat dalam limbah cair industri yang melebihi baku mutu air buangan dapat mencemari lingkungan dan berbahaya bagi mahluk hidup. Keberadaan logam berat seperti timah hitam (Pb), cadmium (Cd) dan kromium (Cr) berbahaya bagi lingkungan di perairan karena toksisitas yang cukup tinggi dan non-biodegradable. Metode pengujian penentuan konsentrasi logam berat Pb, Cd dan Cr dalam limbah cair industri tekstil diperlukan untuk mendapatkan metode yang valid. Penelitian validasi metode dalam penelitian ini yaitu menggunakan proses pengujian melalui tahap preparasi dekstruksi basah, kemudian diuji dengan *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) Prodigy 7. Metode ini bertujuan untuk mendapatkan 3 (tiga) kadar logam berat dalam satu waktu yang dibandingkan terhadap standar terukur. Validasi metode yang dilakukan untuk penentuan kadar logam tersebut telah memenuhi persyaratan validasi, dimana persentase Recovery sampel harus berada pada rentang 98-102% dengan nilai RSD <2%. Pada pengujian akurasi, presisi dan nilai regresi linear koefisien korelasi (R) >0,997 dan koefisien determinasi (R²) >0,995. Metode yang telah valid tersebut digunakan untuk pengujian terhadap salah satu sampel cair limbah industri yang bergerak di bidang tekstil yang berada di Kota Bandung. Hasil kandungan kadar Cd pada inlet 0,0010± 0,0002 mg/L dan kandungan kadar Cd outlet 0,0006± 0,0001 mg/L, kandungan kadar Cr inlet 0,0035± 0,0009 mg/L dan kandungan kadar Cr outlet 0,0000± 0,0000 mg/L, serta kandungan kadar Pb inlet 0,0565± 0,0157 mg/L dan kandungan kadar Pb outlet 0,0161± 0,0045 mg/L.

Kata kunci: ICP OES, Industri tekstil, Limbah cair, Logam berat, Validasi metode

ABSTRACT

Sustainable development concept is needed along with various advances and developments. One of them is the application of sustainable development in industrial activities considering that this results in waste which must be treated before disposal. The presence of heavy metals that exceed the effluent standard can be toxic and harmful to environmental. Heavy metals, such as Cd, Cr and Pb are harmful to the aquatic environment because of their high toxicity and non-biodegradable properties. A validated test method for the concentration of Cd, Cr and Pb heavy metals is required to obtain a suitable method that can provide valid results. Therefore, the validation of the analysis method for determining the levels of dissolved Pb, Cd and Cr in the textile industry wastewater was carried out using the Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) Prodigy 7 method. This method aims to obtain 3 levels of heavy metals at one time which are then compared to measurable standards. The validation on the method of determining the metal content of Cd, Cr, and Pb fulfilled the validation requirements where % Recovery sample was in the range of 98-102% and the RSD value was <2% on the accuracy and precision testing, while the linear regression value of the correlation coefficient was (R) >0,997% and coefficient determination was (R²) >0,995. This valid method was then tested on one of the samples of industrial wastewater in Bandung City. This test found that the heavy metal content of Cd inlet was 0,0010±0,0002mg/L, Cd outlet was 0,0006 ± 0,0001mg/L, Cr inlet was 0,0035±0,0009mg/L, Cr outlet was 0,0000 ±0,0000mg/L, Pb inlet was 0,0565±0,0157mg/L and Pb outlet was 0,0161±0,0045mg/L.

Keywords: ICP OES, Textile industry, Wastewater, Heavey metal, Method validation

Citation: Susanto, A., Mulyani, T., & Nugraha, S. (2021). Validasi Metode Analisis Penentuan Kadar Logam Berat Pb, Cd dan Cr Terlarut dalam Limbah Cair Industri Tekstil dengan Metode Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry Prodigy7. *Jurnal Ilmu Lingkungan*, 19(1), 191-200, doi:10.14710/jil.19.1.191-200

1. Latar Belakang

Aktivitas industri menghasilkan limbah buangan yang harus diolah sebagai salah satu konsep penerapan dari pembangunan berkelanjutan (Sustainable Development). Salah satu limbah industri yang dihasilkan yaitu limbah cair yang harus diolah terlebih dahulu sesuai dengan baku mutu air limbah yang ditetapkan oleh pemerintah sebelum dibuang ke lingkungan agar tidak menimbulkan dampak negatif bagi kehidupan, khususnya Sumber Daya Air (SDA) (Amjad, et al., 2020). Alam memiliki kemampuan daya lenting dalam menetralkan pencemaran yang terjadi apabila jumlahnya kecil, tetapi apabila dalam jumlah yang cukup besar akan menimbulkan dampak negatif terhadap alam karena dapat mengakibatkan terjadinya perubahan keseimbangan lingkungan sehingga limbah tersebut dikatakan telah mencemari lingkungan (Junaidi, et al., 2006).

Limbah cair yang dihasilkan dari kegiatan industri memiliki beberapa komponen yang harus direduksi dengan cara mengolah dengan tepat (Kishor, et al., 2020). Logam berat perlu direduksi dikarenakan dapat mencemari perairan sehingga perlu diperhatikan. Kehadiran logam berat yang melebihi baku mutu yang ditetapkan dapat mencemari lingkungan. Sifat dari logam berat yang sukar untuk terurai cenderung akan terakumulasi dalam ekosistem (Purnamawati, et al., 2014). Logam berat merupakan salah satu polutan paling persisten di air. Tidak seperti polutan lainnya, polutan ini sulit didegradasi dan dapat terakumulasi pada sepanjang rantai makanan, sehingga berpotensi menimbulkan risiko kesehatan manusia dan gangguan ekologis (Akhtar, et al., 2015). Pembuangan air limbah yang mengandung logam berat konsentrasi tinggi ke badan air penerima akan memiliki dampak lingkungan yang merugikan (Akhtar, et al., 2018). Pelepasan logam-logam ini apabila tidak dilakukan perlakuan yang tepat akan menimbulkan ancaman yang signifikan bagi kesehatan masyarakat dikarenakan adanya persistensi, biomagnifikasi dan akumulasi dalam rantai makanan tersebut. Efek yang parah termasuk berkurangnya pertumbuhan dan perkembangan, dapat memicu kanker, kerusakan organ, kerusakan sistem saraf, dan dalam kasus ekstrim (Akpore & Muchie, 2010).

Keberadaan logam berat di lingkungan dengan tingkat konsentrasi tertentu dapat menjadi petunjuk tingkat pencemaran suatu lingkungan. Klasifikasi pada industri tekstil untuk baku mutu logam berat Kromium (Cr) yaitu 1mg/L. Beberapa penelitian menyebutkan bahwa keberadaan logam lain seperti kadmium (Cd) dan timah hitam (Pb) tidak kalah berbahaya bagi lingkungan perairan karena toksisitas yang cukup tinggi dan *non-biodegradable* (Purnamawati, et al., 2014). Logam berat pada limbah cair industri dapat diketahui kandungannya sebagai dasar tingkat cemaran pada limbah tersebut, baik limbah *inlet* maupun limbah *outlet* hasil dari pengolahan (Barus, 2017). Dalam hal ini kandungan logam berat Cr, Cd dan Pb pada limbah industri tekstil

menjadi fokus utama yang akan diteliti dikarenakan pertumbuhan industri tekstil paling tinggi yaitu 18,98% pada triwulan I tahun 2019 (Kementerian Perindustrian RI, 2019). Pertumbuhan industri tekstil ini sebanding dengan jumlah limbah yang dihasilkan. Hal ini yang menjadi dasar pertimbangan untuk dilakukan penelitian dan pengujian dalam penentuan metode pengukuran nilai logam berat pada limbah tersebut. Metode yang digunakan harus sesuai dan tervalidasi agar nilai yang didapatkan valid dan dapat dipertanggungjawabkan yang dipergunakan sebagai dasar evaluasi yang tepat menentukan sebuah kesimpulan dan rekomendasi.

Metode yang telah divalidasi dapat dimanfaatkan untuk menentukan kadar logam berat Pb, Cd dan Cr total pada sampel limbah cair industri tekstil. Nilai yang diperoleh dapat menjadi bahan dasar evaluasi proses, penentuan teknologi pengolahan limbah cair yang sesuai, penetapan tingkat pencemaran logam berat, evaluasi efektifitas bahan kimia aktif pereduksi logam berat dan rekaman data rutin tingkat logam berat sebagai data audit pengelolaan limbah cair. Metode yang tidak valid dapat menyebabkan kesimpulan evaluasi yang kurang tepat, oleh karena itu validasi metode bersifat wajib dalam sebuah penelitian maupun pengujian. Salah satu metode yang digunakan untuk penentuan kadar logam Pb, Cd dan Cr total pada sampel limbah industri yaitu menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) selain ICP terdapat pula *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS) (Chen, et al., 2019). Metode lain yang dapat digunakan adalah dengan menggunakan *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS) (Wulandari, 2016) maupun Metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN) (Indrayani, 2018). Metode ICP-OES memiliki kelebihan dibandingkan dengan metode AAS diantaranya yaitu dapat mengukur beberapa parameter logam berat sesuai dengan standar mutiелеmen yang digunakan, kemampuan pembacaan unsur logam pada konsentrasi part *per-billion* atau ppb, batas deteksi yang cukup rendah dan tingkat akurasi yang tinggi (Handayani, 2020).

Validasi metode sebagai mana disebutkan dalam SNI ISO/IEC 17025:2008 menjadi salah satu persyaratan umum kompetensi sebuah laboratorium pengujian, beberapa penelitian seperti penelitian Handayani pada tahun 2020 dan Nurventi pada tahun 2019 melakukan validasi metode penentuan logam berat sebelum melakukan pengujian pada objek yang diteliti agar hasil penelitian menghasilkan data yang valid untuk ditarik kesimpulan. Penelitian yang dilakukan oleh penulis kali ini bertujuan untuk mendapatkan metode yang valid dalam pengujian penentuan kadar logam berat Pb, Cd dan Cr pada limbah tekstil yang valid dengan metode ICP-OES Prodigy7 dan dapat diterapkan pada sampel limbah industri tekstil lainnya.

2. Metode

Jenis penelitian ini yaitu deskriptif-eksperimental, jenis tersebut diambil karena penelitian ini dilakukan secara kuantitatif dan dilakukan dengan melakukan eksperimen. Dengan rancangan subjek mendapatkan perlakuan dari peneliti (Nurventi, 2019). Eksperimen yang dilakukan yaitu dengan membuat simulasi sampel yang akan dibandingkan terhadap standar. Metode yang telah divalidasi akan diuji coba untuk menentukan kadar logam berat Pd, Cd dan Cr pada sampel limbah cair dari IPAL PT X yang berada di kota Bandung.

2.1. Pembuatan Pelarut dan Larutan Destruksi

Pelarut pada penelitian ini menggunakan larutan HNO₃ 5% yang berfungsi sebagai penstabil larutan logam agar tidak terjadi proses pengendapan pada sampel. Larutan destruksi dilakukan dengan mencampurkan HNO₃ pekat dengan H₂SO₄ pekat dengan perbandingan 1:1. Larutan ini memiliki fungsi untuk memecah senyawa organo logam yang terkandung pada sampel (Handayani, 2020).

2.2. Larutan Standard dan Simulasi Sampel

Larutan standar kerja yang digunakan yaitu *Multielement Standart Solution* (MSS) Sigma Aldrich Batch No 51844 Lot: BCBV4089 yang mengandung Cd 10mg/L, Cr 20mg/L dan Pb 40 mg/L. Larutan standar dan sampel yang digunakan untuk eksperimen ini dibuat dengan cara mengencerkan larutan standar kerja MSS dengan menggunakan pelarut menjadi beberapa konsentrasi sesuai dengan konsentrasi seperti dijelaskan pada Tabel 1 di bawah ini untuk setiap titik parameter validasi, Pada penelitian kali ini dilakukan pengujian dengan preparasi sampel dan standar pada konsentrasi di beberapa titik. Salah satu titik yang menjadi acuan yaitu logam Cr yang diatur nilai ambang batasnya untuk limbah industri tekstile 1,0 mg/L dalam PERMEN LH RI No 5 Tahun 2014, Untuk logam Pb dan Cd menyesuaikan berdasarkan deret standar dari konsentrasi induk, pengujian akurasi dilakukan di bawah dan di atas nilai ambang batas untuk mengetahui kemampuan pembacaan sampel uji pada metode yang divalidasi jadi tidak semua titik di uji nilai akurasinya, nilai sensitifitas pembacaan dapat tergambarkan pada hasil pengujian linearitas.

Tabel 1. Konsentrasi Titik Validasi Standar dan Sampel

Konsentrasi Logam (mg/L)			Titik			
Cd	Cr	Pb	A	PPA	LDQ	DP
0.0125	0.0250	0.0500	-	-	V	-
0.0250	0.0500	0.1000	-	-	V	-
0.0500	0.1000	0.2000	-	-	V	-
0.1000	0.2000	0.4000	-	-	V	-
0.2000	0.4000	0.8000	V	-	V	-
0.3000	0.6000	1.2000	-	-	V	-
0.4000	0.8000	1.6000	V	-	V	-
0.5000	1.0000	2.0000	V	V	V	V
0.6000	1.2000	2.4000	V	-	V	-

Keterangan: Akurasi (A), Presisi dan Presisi Antara (PPA), Linearitas LOD LOQ (LDQ), Degradasi Dipercepat (DP)

100 ml larutan simulasi sampel kemudian ditambahkan 5 mL larutan destruksi. Destruksi dilakukan dengan destruktur hingga larutan berwarna jernih dan volume menyusut 50% dari volume awal. Larutan sampel yang telah didestruksi didinginkan hingga mencapai suhu ruang dan diencerkan kembali dengan pelarut hingga 100ml seperti volume sampel awal larutan sampel sebelum destruksi. Larutan standar dan sampel yang telah diencerkan pada konsentrasi tertentu tersebut kemudian diuji menggunakan ICP-OES untuk mengetahui nilai intensitas di setiap logam pada konsentrasi tertentu untuk selanjutnya dilakukan perhitungan. Persyaratan validasi dengan nilai P, A dan PPA berada pada rentang % *Recovery* 98-102% dengan nilai RSD <2,00%, nilai regresi linear koefisien korelasi (R) >0,997 koefisien determinasi (R²) >0,995. Persamaan hasil tersebut dijabarkan pada penjelasan di bawah ini.

% Recovery

$$\text{Pembacaan simulasi (mg/L)} = \frac{Int_{sp}}{Int_{bp}} \times \text{mg./L standar}$$

dimana:

- Int (Intensitas) : Intensitas
- mg/L : Konsentrasi Standar
- Sp : Sampel
- Bp : Standar

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Pembacaan simulasi}}{\text{mg/L simulasi}} \times 100\%$$

% RSD

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^N X_i}{N}$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{(N - 1)}}$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

dimana:

- \bar{X} : Rata-rata Recovery
- N : Jumlah simulasi
- RSD : Simpangan baku relatif
- X_i : Recovery simulasi ke-i
- SD : Simpangan baku

Persamaan regresi : y = a + bx

$$b = \frac{N(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{N(\sum X^2) - (\sum X)^2}$$

$$a = \frac{\sum Y - (b \sum X)}{N} = \frac{(\sum Y)(\sum X^2) - (\sum X)(\sum XY)}{N(\sum X^2) - (\sum X)^2}$$

$$r = \frac{N \sum XY - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{(N \sum X^2 - (\sum X)^2)(N \sum Y^2 - (\sum Y)^2)}}$$

dimana:

- b : Kemiringan garis (slope)
- y : Intensitas di bawah kurva
- a : Intensitas pada konsentrasi 0 (intercept)
- x : Konsentrasi (mg/L)
- r : Koefisien korelasi
- N : Jumlah data

LOD & LOQ

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2}{(N - 1)}}$$

$$LOD = \frac{3,3 S_{y/x}}{b}$$

$$LOQ = \frac{10 S_{y/x}}{b}$$

dimana:

- LOD : Batas deteksi (*Limit of Detection*)
- LOQ : Batas deteksi (*Limit of Quantification*)
- $S_{(y/x)}$: Simpangan baku residual
- \hat{y}_i : Intensitas di bawah kurva ekstrapolasi
- y_i : Intensitas di bawah kurva terukur
- N : Jumlah konsentrasi yang digunakan
- b : Kemiringan (*slope*) kurva kalibrasi

2.3. Larutan Sampel Limbah Tekstil

100ml sampel limbah tekstil ditambahkan 5mL larutan destruksi lalu dilakukan destruksi dengan destruktur hingga larutan berwarna jernih dan volume menyusut 50% dari volume awal. Larutan sampel yang telah didestruksi didinginkan hingga mencapai suhu ruang dan diencerkan kembali dengan pelarut hingga 100 ml seperti volume sampel awal larutan sampel sebelum destruksi. Larutan yang telah diencerkan pada konsentrasi tertentu kemudian diuji menggunakan ICP-OES untuk mengetahui nilai intensitas di setiap logam pada konsentrasi tertentu.

$$\% \text{ Logam (mg/L)} = \frac{Int_{sp}}{Int_{sp}} \times \frac{V \text{ pipet } Bp}{V \text{ labu } Bp} \times mg./L \text{ std}$$

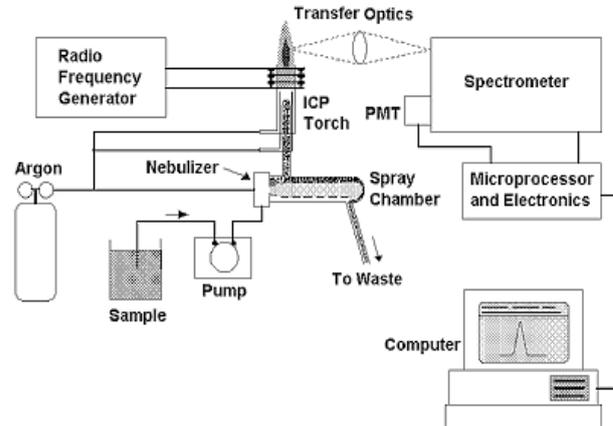
dimana:

- Int (Intensitas) : Intensitas
- mg/L : Konsentrasi Standar
- V : Volume
- Sp : Sampel
- Bp : Standar

2.4. Pengukuran Larutan

Pengukuran sampel uji dilakukan dengan cara mengukur sampel uji yang telah dipreparasi dengan ICP-OES Prodigy7 yang telah terkalibrasi pada

panjang gelombang berbeda di setiap logam, di antaranya elemen Cd 214,441, Cr 205,552 dan Pb 283,305 dengan rotasi perputaran 25 RMP, waktu injeksi 25 detik serta suhu detector -40°C.



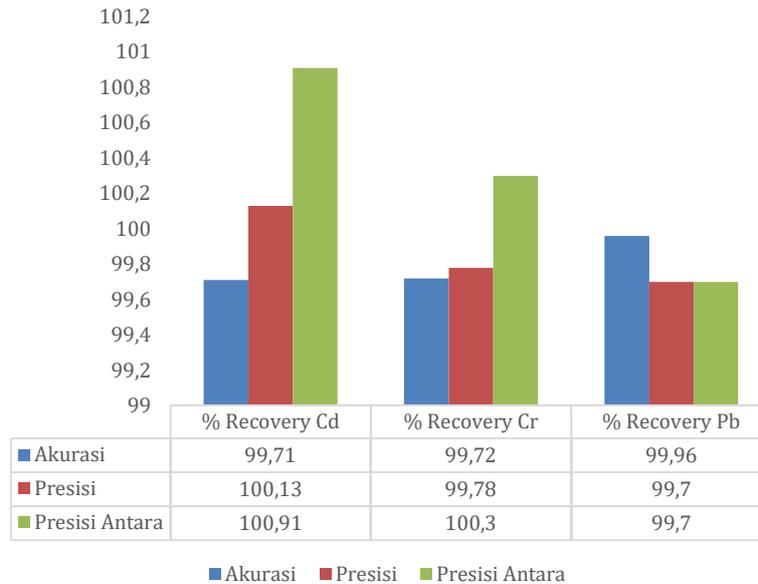
Gambar 1. Mekanisme ICP-OES

Pada penelitian ini alat yang digunakan adalah ICP OES. Prinsip kerja dari pengukuran dengan menggunakan ICP OES didasarkan pada proses eksitasi atom maupun ion dalam *Radio Frequency* (RF) discharge. Sampel cair limbah industri tekstil yang telah dipreparasi dan didestruksi basah terlebih dahulu kemudian diinjeksikan dan berubah fasa menjadi aerosol cair kemudian didistribusikan ke saluran plasma dengan suhu berada disekitar 10.000 K. Akibat penggunaan suhu yang tinggi analit akan cepat diuapkan berubah fasa menjadi gas sebagai atom atom bebas. Pada plasma terjadi eksitasi tumbukan lanjutan menghasilkan energi tambahan yang mengakibatkan perubahan atom menjadi ion, kemudian ion tereksitasi kembali. Atom dan ion yang tereksitasi akan kembali ke keadaan dasar melalui emisi foton. Foton menghasilkan energi yang khas akan terdeteksi oleh detektor secara kuantitatif berdasarkan panjang gelombang yang sesuai. Konsentrasi logam pada sampel akan berbanding lurus dengan jumlah foton yang dihasilkan (Nurventi, 2019).

3. Hasil dan Pembahasan

Penelitian validasi metode analisis penentuan kadar logam berat Pb, Cd dan Cr total terlarut dalam limbah cair industri tekstil dengan metode ICP-OES prodigy7 dilakukan di laboratorium penelitian analisis PT. Kimia Farma Persero Tbk unit R&D Bandung. Berdasarkan ISO/IEC 17025:2017 validasi metode merupakan standar perlakuan yang harus dilakukan oleh laboratorium pengujian, untuk menjamin kepastian data hasil pengujian (Badan Standardisasi Nasional, 2017)

Penelitian laboratorium menggunakan alat ICP dilaksanakan pada tanggal 13 sampai 14 November 2020 dengan menggunakan 2 (dua) tabung gas argon murni sebagai gas pembawanya. Adapun hasil penelitian ini ditunjukkan pada gambar 1 di bawah ini.



Gambar 2. Grafik Hasil Uji % Recovery Akurasi, Presisi dan Presisi Antara

3.1. Uji Akurasi

Akurasi (A) sering dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% Recovery) dari suatu pengujian terhadap penambahan sejumlah analit dengan jumlah yang diketahui. Uji A ini dilakukan untuk melihat ketelitian alat dan analisis dalam membuat konsentrasi larutan yang sesuai dengan kadar yang sebenarnya. Uji A dilakukan dengan menggunakan tiga level konsentrasi dengan tiga replikasi untuk setiap level konsentrasi. Kriteria penerimaan akurasi adalah % Recovery 98%-102% (Nurventi, 2019).

Uji A dilakukan 3 (tiga) kali preparasi sampel di setiap titiknya untuk menggambarkan metode yang divalidasi memenuhi persyaratan akurasi. Dari gambar 1 diketahui preparasi simulasi sampel di ke 4 (empat) titik nilai % Recovery logam Pb, Cd dan Cr berada pada retang 98-102%. Nilai % RSD uji A dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Nilai % RSD Uji A

Logam	Konsentrasi (mg/L)	% RSD	Keterangan
Cd	0,2	0,20	Memenuhi Persyaratan
	0,4	0,18	
	0,5	0,25	
	0,6	0,16	
Cr	0,4	1,27	Memenuhi Persyaratan
	0,8	0,45	
	1,0	0,18	
	1,2	0,30	
Pb	0,8	0,15	Memenuhi Persyaratan
	1,6	0,08	
	2,0	0,29	
	2,4	0,31	

Sumber: Hasil Pengukuran Standar dan Simulasi Sampel Penelitian

Dapat disimpulkan bahwa uji A pada logam Pb, Cd dan Cr memenuhi persyaratan validasi, sebagaimana menurut hasil penelitian Handayani pada tahun 2020 uji A ini menunjukkan metode mempunyai tingkat kecermatan dan ketelitian yang tinggi. Tingkat

kecermatan tersebut dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor, salah satunya yaitu dengan mengurangi galat yang mengganggu tingkat akurasi suatu metode.

Sebagaimana penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Harmita pada tahun 2004 langkah yang dilakukan untuk mengurangi galat sistematis yaitu dengan cara menggunakan peralatan pengujian ICP-OES yang telah terkalibrasi dan bersertifikat untuk mengetahui alat bekerja dengan optimal sebagai mana mestinya, selain dari peralatan bahan pereaksi yang digunakanpun bahan grade for analysis dengan suhu terkontrol dan stabil.

3.2. Presisi dan Presisi Antara

Presisi (P) dilakukan pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui keberulangan nilai data dengan menggunakan metode yang di validasi. Prosesnya itu dengan melakukan preparasi simulasi sampel pada satu titik sebanyak 6 kali pengukuran dan diukur satu demi satu, kemudian dibandingkan terhadap standar. Untuk preparasi presisi antara (PPA) dilakukan oleh peneliti yang berbeda dengan tujuan metode dapat digunakan oleh orang yang berbeda dengan hasil sama sama memenuhi persyaratan. Adapun syarat nilai % Recovery sampel simulasi berada pada nilai 98-102% dan nilai RSD <2,00% (Harmita, 2004). Nilai presisi dihitung secara statistic pada 3 (tiga) tingkatan diantaranya riptabilitas atau presisi intra, presisi antara dan reproduibilitas (Mulyati, et al., 2011).

Tabel 3. Hasil Uji P

mg/L Logam	Recovery (%)	% RSD	Keterangan
0,05 Cd	100,13	0,22	Memenuhi Persyaratan
1,00 Cr	99,78	0,30	
2,00 Pb	99,70	0,34	

Sumber: Hasil Pengukuran Standar dan Simulasi Sampel Penelitian

Dari gambar 1 di atas, % *Recovery* P Simulasi Sampel nilai % *Recovery* dan RSD yang didapat disetiap titiknya berada pada nilai yang disyaratkan dapat dilihat pada Tabel 3.

Pada Tabel 3 dapat disimpulkan P disetiap logam memenuhi persyaratan validasi dan menurut penelitian Handayani pada tahun 2020 menunjukan metode mempunyai tingkat keterulangan presisi baik dari sistem maupun keterulangan preparasi.

Dari gambar 1, % *Recovery* PPA Simulasi Sampel nilai % *Recovery* dan RSD yang didapat di setiap titiknya berada pada nilai yang disyaratkan. Pada logam Cd 0,5mg/L diperoleh nilai % *Recovery* yang didapat 100,91% dengan nilai % RSD 0,34%. Untuk logam Cr 1,0mg/L diperoleh Nilai % *Recovery* yang didapat 100,30% dengan nilai % RSD 0,36%. Sedangkan untuk logam Pb 2,0 mg/L diperoleh nilai % *Recovery* yang didapat 100,05% dengan nilai % RSD 0,45. Sehingga dapat disimpulkan PPA untuk setiap logam memenuhi persyaratan validasi dan menunjukan metode mempunyai tingkat keterulangan presisi baik dari sistem maupun keterulangan preparasi (Handayani, 2020).

3.3. Linieritas, LOD, dan LOQ

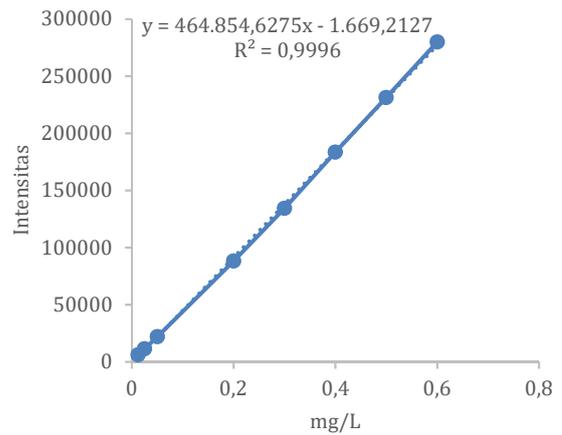
Linieritas adalah kemampuan metode analisis dengan memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas sering disebutkan dalam istilah variasi sekitar arah garis regresi dengan berdasarkan hitungan persamaan matematik data yang didapat dari hasil uji analit dalam sampel dengan beberapa macam konsentrasi analit (Meyer, et al., 2018).

Uji linieritas dilakukan dengan menggunakan suatu seri larutan standar yang terdapat sedikitnya lima konsentrasi berbeda. Koefisien korelasi (R) dan koefisien determinasi (R²) merupakan parameter hubungan kelinearan yang diterapkan. Pada analisis regresi linier $y = ax + b$, dimana a adalah slope, b adalah intersep, x adalah konsentrasi analit, dan y adalah respon instrumen. *Slope* ialah nilai yang menyatakan besar atau kecilnya kontribusi yang dihasilkan oleh suatu variabel x terhadap y. *Slope* juga dapat berarti sebagai ukuran kemiringan dari suatu garis. Sedangkan, titik potong kurva terhadap sumbu y disebut dengan intersep (Wulandari et al., 2016).

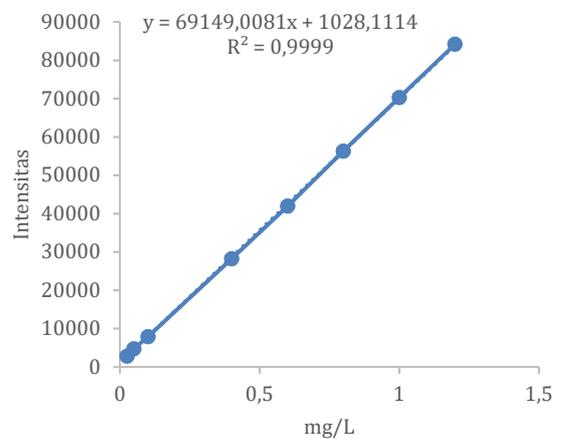
Batas deteksi diartikan sebagai konsentrasi paling kecil dari analit yang ada didalam sampel yang dapat ditemukan karena masih adanya respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Batas deteksi disebut sebagai tingkat pengukuran atau parameter uji batas. Adapun batas kuantitasi adalah parameter yang ada dalam analisis renik dan didefinisikan sebagai nilai paling kecil analit pada sampel dengan kriteria cermat dan seksama yang masih dapat terpenuhi (Meyer, et al., 2018).

Dari hasil pernelitian yang telah dilakukan pada tahapan uji linearitas metode penentuan logam berat Cd pada gambar 2, Cr pada gambar 3 dan Pb pada

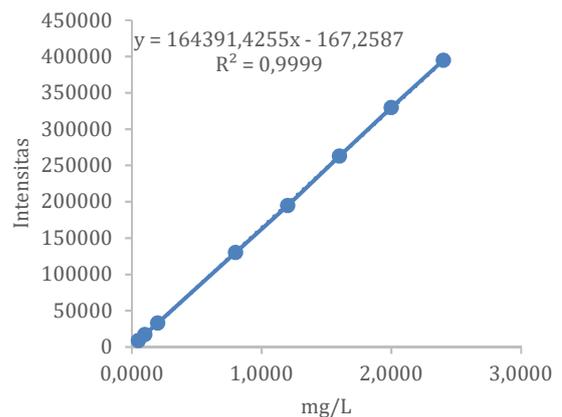
gambar 4, yaitu sebagai perbandingan antara konsentrasi terhadap respon intensitas.



Gambar 3. Linearitas Logam Cd



Gambar 4. Linearitas Logam Cr



Gambar 5. Linearitas Logam Pb

Uji linearitas logam berat Cd, Cr dan Pb memenuhi persyaratan validasi karena nilai R mendekati nilai 1 dan bernilai positif. Hal ini menandakan metode ini baik dan memiliki hubungan yang searah kedua variabel. Nilai koefisien korelasi $\geq 0,995$ merupakan salah satu metode yang baik dan bernilai positif maka

kedua variabel tersebut memiliki hubungan yang searah, dengan kata lain peningkatan x dan peningkatan y terjadi secara bersamaan dan begitu juga sebaliknya (Handayani, 2020).

Nilai LOD pada logam Cd 0,0156mg/L, Cr 0,0132mg/L dan Pb 0,0225mg/L. Nilai LOQ logam Cd 0,0474mg/L, Cr 0,0401mg/L dan Pb 0,0681mg/L. Secara teori LOD dan LOQ yang ditentukan harus lebih rendah dari nilai sampel yang diharapkan. Hasil dari penelitian semua LOD dan LOQ berada di bawah nilai konsentrasi pada titik (P) yang ditargetkan dan metode yang divalidasi dapat digunakan untuk penentuan kadar logam dengan nilai pengujian LOD LOQ dibawah nilai ambang batas sesuai dengan Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia No. 5 tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah Industri Tekstil yang ditentukan masih terdeteksi LOD LOQ Cr < NAB (Meyer, et al., 2018).

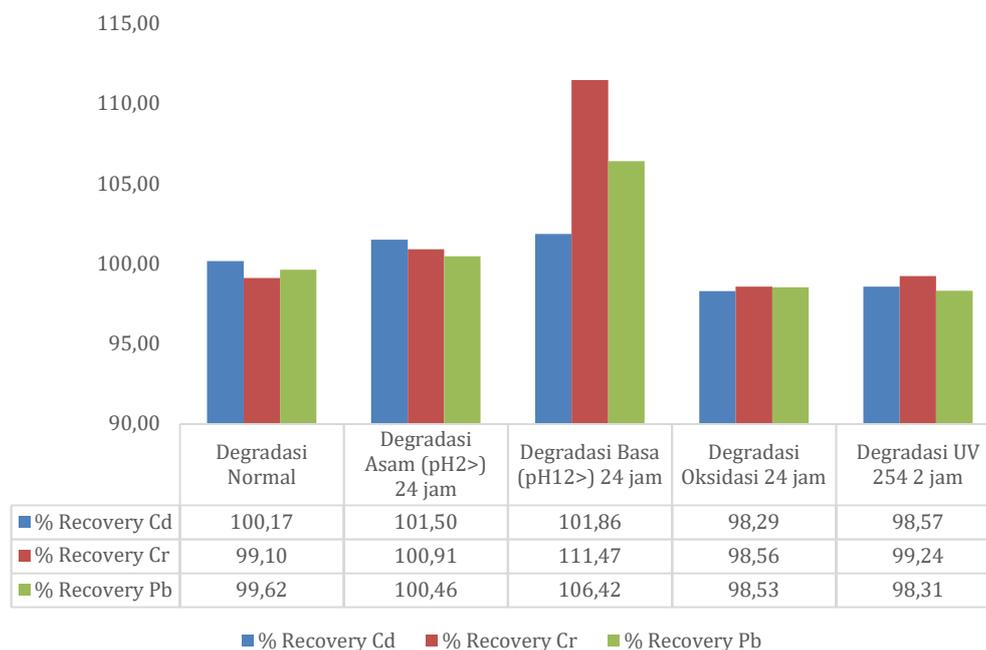
3.4. Degradasi Dipercepat

Uji degradasi dipercepat merupakan langkah orientasi metode sampel dan standar yang dilakukan dalam penelitian ini dengan mendegradasi secara sengaja untuk mengetahui faktor faktor yang mempengaruhi saat metode ini digunakan untuk pengujian sampel. Kondisi yang dirubah dibandingkan terhadap keadaan normal sesuai dengan prosedur yang telah ditetapkan, sehingga kita

dapat mengetahui kondisi pengganggu yang harus dihindari ketika pengujian. Suatu hasil pengujian dapat dipengaruhi galat sistematik kondisi lingkungan (Harmita, 2004).

Pada parameter ini dilakukan penelitian perubahan kondisi keadaan akhir sampel dan standar dari keadaan normal. Pada keadaan normal dilakukan preparasi pembuatan standar dari MSS Ex Sigma Aldrich yang diencerkan menggunakan pelarut dengan konsentrasi akhir Cd 0,5mg/L, Cr 1 mg/L dan Pb 2 mg/L. Kemudian preparasi simulasi sampel dengan melakukan pengenceran induk dan didestruksi basah menggunakan desktruktor hingga berwarna jernih dan menyusut minimal 50% dari volume awal kemudian dilakukan tandabataskan kembali hingga mendapatkan konsentrasi simulasi sampel akhir Cd 0,5 mg/L, Cr 1mg/L dan Pb 2 mg/L.

Larutan sampel dan standar akhir dirubah kondisinya dengan cara mendegradasinya pada kondisi larutan akhir dirubah pHnya pada kondisi asam di bawah pH 2 lalu didiamkan selama 24 jam, kondisi basa di atas pH 12 dengan didiamkan selama 24 jam, serta dilakukan oksidasi dengan menggunakan peroksida 10% selama 24 jam, kemudian dilakukan penyinaran oleh sinar ultra violet (UV) dengan Panjang gelombang 254nm selama 2 jam.



Gambar 6. Grafik Hasil Uji % Recovery Degradasi Dipercepat

Gambar 5 merupakan grafik hasil uji % Recovery degradasi dipercepat dan menunjukkan terjadinya sebuah perubahan yang cukup signifikan pada degradasi kondisi pH larutan di atas pH 12. Kondisi ini terjadi karena terjadi karena adanya proses pengendapan senyawa logam Cd, Cr dan Pb yang berdampak pada % Recovery tidak memenuhi

persyaratan dengan syarat penerimaan data 98-102%. Hal ini menunjukkan bahwa pada saat pengujian sampel dengan metode ini terdapat kondisi sampel yang tidak boleh dalam keadaan pH basa. Oleh sebab itu maka pelarut yang digunakan adalah HNO₃ encer untuk mengendalikan kestabilan pH larutan (Mokoena, et al., 2019).

Tabel 4. Rekapitulasi Hasil Validasi Metode

Parameter	Syarat	Keterangan
Uji Degradasi Dipercepat	-	Tidak Direkomendasikan Pada Ph Basa
Akurasi	(RSD) ≤ 2,0 % % Recovery 98,0 % - 100,0 %	Memenuhi Persyaratan
Presisi & Presisi Antara	(RSD) ≤ 2,0 % % Recovery 98,0 % - 100,0 %	Memenuhi Persyaratan
Linearitas	Koefisien Korelasi, R ≥ 0,999, Atau R ² ≥ 0,998	Memenuhi Persyaratan

Sumber: Data Hasil Validasi

3.5. Pengukuran Contoh Sampel Limbah Industri Tekstil

Metode yang telah divalidasi dan memenuhi persyaratan validasi selanjutnya dilakukan uji coba pengukuran logam Cd, Cr dan Pb pada sampel limbah

tekstil. Adapun sampel limbah yang diuji yaitu sampel limbah *inlet* dan *outlet* salah satu perusahaan pencucian dan pencelupan kain di Kota Bandung. Sampel limbah yang diambil yaitu sampel buangan proses garmen untuk mengetahui efektifitas pengolahan buangan industri pada parameter penyisihan logam berat Cd, Cr dan Pb. Sebelum dilakukan pengukuran dilakukan terlebih dahulu preparasi sampel sesuai dengan metode yang telah divalidasi. Sejumlah 100 ml sampel limbah industri inlet maupun outlet didestruksi terlebih dahulu dengan 5 ml larutan destruksi, proses destruksi berjalan selama 2 jam hingga larutan berwarna jernih dan volume menyusut hingga 50% dari volume awal. Hasil destruksi dipindahkan kedalam labu ukur 100 ml kemudian ditandabatkan dengan pelarut. Sampel yang telah dipreparasi kemudian diukur dengan ICP-OES.

Tabel 5. Hasil Pengukuran Pengujian Logam Berat Cd, Cr dan Pb Sampel Limbah Inlet dan Outlet

Sp	Intensitas Sampel	Intensitas Standar	Pipet Standar	Labu Standar	mg/L Standar	mg/L Sampel	Rata Rata	SD	RSD
Inlet Cd	488	247973	1	20	10	0,0010	0,0010	0,0000	1,2288
	498	247973	1	20	10	0,0010			
	499	247973	1	20	10	0,0010			
Outlet Cd	317	247973	1	20	10	0,0006	0,0006	0,0000	1,5447
	316	247973	1	20	10	0,0006			
	325	247973	1	20	10	0,0007			
Inlet Cr	231	67121	1	20	20	0,0034	0,0035	0,0000	1,0785
	236	67121	1	20	20	0,0035			
	233	67121	1	20	20	0,0035			
Outlet Cr	0	67121	1	20	20	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
	0	67121	1	20	20	0,0000			
	0	67121	1	20	20	0,0000			
Inlet Pb	9143	318652	1	20	40	0,0574	0,0565	0,0008	1,4930
	8977	318652	1	20	40	0,0563			
	8877	318652	1	20	40	0,0557			
Outlet Pb	2585	318652	1	20	40	0,0162	0,0161	0,0002	1,0216
	2564	318652	1	20	40	0,0161			
	2533	318652	1	20	40	0,0159			

Sumber: Data Hasil Penelitian

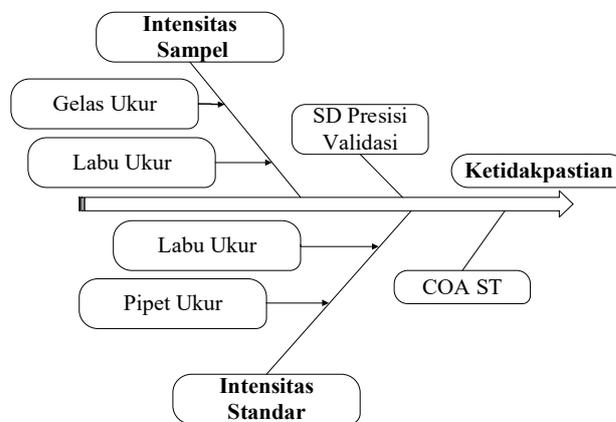
Hasil pengujian dan pengukuran yang didapat pada prosesnya terdapat nilai ketidakpastian karena terdapat faktor kesalahan pada alat ukur yang digunakan selama proses pengukuran maupun preparasi yang disebut kesalahan acak. Setelah nilai kadar sudah didapatkan, maka langkah selanjutnya adalah menentukan nilai ketidakpastiannya. Adapun faktor yang mempengaruhi pengujian sampel yaitu labu ukur 100 ± 1 mL (tercantum pada alat), labu ukur 100 ± 0,1 mL (tercantum pada alat), pipet volum 1 ± 0,008 mL (tercantum pada alat), labu ukur 20 ± 0,04 mL (tercantum pada alat), MSS Cd 10 ± 0,03 mg/L (tercantum pada *Certificate of Analysis*), MSS Cr 20 ± 0,08 mg/L (tercantum pada *Certificate of Analysis*), MSS Cd 20 ± 0,1 mg/L (tercantum pada *Certificate of Analysis*), SD presisi validasi Cd 0,22 (hasil validasi), SD presisi validasi Cr 0,3 (hasil validasi) dan SD presisi validasi Pb 0,34 (hasil validasi). Nilai ketidakpastian

gabungan dinyatakan dengan nilai Uy dimana Y sebagai hasil perolehan kadar dan nilai ketidakpastian diperluas dua kali nilai Uy. Penentuan nilai ketidakpastian yang mempengaruhi pada pengukuran ini digambarkan dalam diagram Fish Bone (gambar 7). Diagram ini dibuat untuk mengetahui faktor-faktor yang dapat mempengaruhi hasil pengujian. Nilai pembagi pada perhitungan penentuan ketidakpastian untuk alat gelas yang tertera nilai ketidakpastian pada gelas ukur, labu ukur dan pipet volume, dengan nilai pembagi yang diperoleh yaitu 1,7321 asumsi pada distribusi rektangular. Nilai pembagi pada perhitungan penentuan ketidakpastian untuk standar pengujian yang tertera nilai ketidakpastian *Certificate of Analysis* (COA) nilai pembaginya yaitu 2. Nilai pembagi pada perhitungan penentuan ketidakpastian untuk standar deviasi presisi nilai pembaginya yaitu 2,4495 (Rohayati, 2020).

Mengacu pada hasil pengujian nilai LOD dan LOQ yang telah dilakukan nilai hasil pengujian Inlet Cd, Outlet Cd, inlet Cr, Outlet Cr dan Outlet Pb berada di bawah nilai LOD dan LOQ pada alat yang digunakan, Hal tersebut dapat mempengaruhi nilai % RSD pada pengujian. Pada Tabel 6 nilai % RSD yang dihasilkan cukup tinggi akan tetapi masih memenuhi persyaratan <2,00%. Nilai Outlet Cr 0,0000 mg/ml karna serapan yang diberikan menunjukkan nilai minus mendekati nilai *blanko pure water* yang dijadikan sebagai *blanko*.

Metode yang telah divalidasi dapat digunakan untuk pengujian logam berat industri tekstil karena tingkat presisi yang dihasilkan baik dengan nilai RSD <2%. Berdasarkan Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia No. 5 tahun 2014 tentang Baku Mutu Air Limbah Industri Tekstil bahwa Nilai Ambang Batas (NAB) logam Cr yang ditentukan yaitu 1mg/L (Kementrian Lingkungan Hidup, 2014). Pada Tabel 5 menunjukkan bahwa sampel contoh limbah tekstil memenuhi persyaratan baku mutu air buangan limbah industri tekstil. Metode pengujian ini dapat digunakan di laboratorium lain dengan cara

melakukan verifikasi metode pengujian dengan melakukan tahap akurasi, presisi dan linearitas. Jika metode ini digunakan untuk pengujian selain logam Pb, Cd dan Cr serta perlakuan preparasi yang berbeda maka harus dilakukan validasi ulang (Nurventi, 2019).



Gambar 7. Faktor Faktor Yang Mempengaruhi Pengujian Sampel

Tabel 6. Hasil Pengujian Logam Berat Dengan Metode Yang Telah Divalidasi

Sampel Limbah	mg/L Sampel	% RSD	Ketidakpastian Baku	Ketidakpastian Baku Relatif	Ketidakpastian gabungan	Ketidakpastian Diperluas	Perolehan mg/L Sampel
Inlet Cd	0,0010	1,23	0,7676	0,1034	0,0001	0,0002	0,0010 ± 0,0002
Outlet Cd	0,0006	1,54	0,7676	0,1034	0,0001	0,0001	0,0006 ± 0,0001
Inlet Cr	0,0035	1,08	0,7676	0,1034	0,0004	0,0009	0,0035 ± 0,0009
Outlet Cr	0,0000	0,00	0,7676	0,1034	0,0000	0,0000	0,0000 ± 0,0000
Inlet Pb	0,0565	1,49	0,7676	0,1034	0,0079	0,0157	0,0565 ± 0,0157
Outlet Pb	0,0161	1,02	0,7676	0,1034	0,0022	0,0045	0,0161 ± 0,0045

Sumber: Data Hasil Penelitian

4. Kesimpulan

Hasil dari penelitian validasi metode penentuan kadar logam berat Pb, Cr dan Cd pada IPAL industri tekstil dengan ICP-OES Prodigy7 dapat disimpulkan bahwa metode dapat digunakan untuk penentuan kadar logam berat Pb, Cr dan Cd pada sampel limbah cair industry tekstil dan memenuhi persyaratan validasi dengan nilai presisi (P), akurasi (A), dan presisi antara (PPA) berada pada rentang % Recovery 98-102% dengan nilai RSD <2%, nilai regresi linear koefisien korelasi (R) >0,997 dan koefisien determinasi (R²) >0,995. Perolehan nilai akurasi Cd rata-rata % Recovery dari ke 4 (empat) titik 99,71% dengan RSD 0,2%. Akurasi Cr rata-rata % Recovery dari ke 4 (empat) titik 99,72% dengan RSD 0,55%. Akurasi Pb rata rata % Recovery dari ke 4 (empat) titik 99,96% dengan RSD 0,21%. Nilai presisi Cd rata rata % Recovery 100,13% dengan RSD 0,22%. Presisi Cr rata-rata % Recovery 99,78% dengan RSD 0,3%. Presisi logam Pb rata-rata % Recovery 99,7% dengan RSD 0,34%. Nilai presisi antara logam Cd rata-rata % Recovery 100,91% dengan RSD 0,34%. Presisi antara logam Cr rata-rata % Recovery 100,30% dengan RSD 0,36%. Presisi antara logam Pb rata-rata % Recovery 100,05% dengan RSD 0,45%. Dan nilai koefisien korelasi (R) untuk Cd 0,9998 koefisien determinasi

(R²) Cd 0,9996. Koefisien korelasi (R) untuk Cr 1 koefisien determinasi (R²) Cr 0,9999. Koefisien korelasi (R) untuk Pb 1 koefisien determinasi (R²) Cd 0,9999.

Metode yang telah divalidasi dapat diterapkan pada pengujian sampel contoh limbah inlet dan outlet salah satu perusahaan pencucian dan pencelupan kain di Kota Bandung. Sampel limbah yang diambil yaitu sampel air limbah dari proses garmen dengan hasil kandungan logam berat Cd inlet 0,001±0,0002 mg/L, kandungan logam berat Cd outlet 0,0006±0,0001mg/L, kandungan logam berat Cr inlet 0,0035±0,0009mg/L, kandungan logam berat Cr outlet 0,0000±0,0000mg/L, kandungan logam berat Pb inlet 0,0565±0,0157mg/L dan kandungan logam berat Pb outlet 0,0161± 0,0045mg/L.

DAFTAR PUSTAKA

Akhtar, M. F., Ashraf, M., Anjum, A. A., Javeed, A., Sharif, A., Saleem, A., and Akhtar, B. 2018. Association of Textile Industry Effluent With Mutagenicity and its Toxic Health Implications Upon Acute and Sub-Chronic Exposure. Environ Monit Assess. Pages 1-13.

Akhtar, M. F., Muhamad, A., Anjum, A. A., Javeed, A., Sharif, A., Saleem, A., Akhtar, Bushara, Mustafa, G., Moneeb, A. 2015. Textile Industrial Effluent Induces Mutagenicity

- and Oxidative DNA Damage and Exploits Oxidative Stress Biomarkers In Rats. *Environ Toxicol Pharmacol*. Pages 1-15.
- Amjad, M., et al, Hussain, S., Javed, K., Khan, A. R., & Shahjahan, M. 2020. The Sources, Toxicity, Determination Of Heavy Metals and Their Removal Techniques from Drinking Water. *World Journal of Applied Chemistry*, Vol. 5 No. 2. Pages 34-40.
- B, Akpor. O., M, Muchie. 2010. Remediation Of Heavy Metals In Drinking Water and Wastewater Treatment Systems: Processes and Applications. *International Journal of the Physical Sciences*, Vol. 5 No. 12. Pages 1807-1817.
- Badan Standardisasi Nasional. 2017. Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi (ISO/IEC 17025:2017, IDT, Eng).
- Barus, B. S. 2017. Analisis Kandungan Logam Berat Kadmium (Cd) dan Merkuri (Hg) pada Air dan Sedimen Di Perairan Muara Sungai Banyuasin. *Maspari Journal*, Vol. 9. No. 1. Hal. 69-76.
- Chen, S., Yan, J., Li, J., and Lu, D. 2019. Dispersive Micro-Solid Phase Extraction Using Magnetic ZnFe₂O₄ Nanotubes as Adsorbent for Preconcentration of Co(II), Ni(II), Mn(II) and Cd(II) Followed by ICP-MS Determination. *Microchemical Journal*, Vol. 147. Pages 232-238.
- Handayani, D. 2020. Verifikasi Metode Penentuan Kadar Logam Arsen (As) dan Kadmium (Cd) Total pada Sumber Ipal Titik Inlet dan Outlet PT. Karsa Buana Lestari secara Inductively Coupled Plasmaoptical Emission Spectroscopy (ICP-OES). Yogyakarta: Universitas Islam Yogyakarta.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Pharmaceutical Sciences and Research*, Vol. I, No. 3. Pages 117 - 135.
- Indrayani, L. 2018. Analisis Unsur Logam Berat pada Limbah Cair Industri Batik dengan Metode Analisis Aktivasi Neutron (AAN). Pusat Sains dan Teknologi Akselerator. Hal. 435-440.
- Junaidi, Patria, B., dan Hatamto, D. 2006. Analisis Teknologi Pengolahan Limbah Cair pada Industri Tekstil (Studi Kasus PT. Iskandar Indah Printing Textile Surakarta). *Jurnal Ilmu Lingkungan UNIDIP*, Vol.1 No. 1. Hal. 1-6.
- Kementerian Lingkungan Hidup. 2014. Peraturan Menteri Lingkungan Hidup Republik Indonesia Nomor 5 Tahun 2014 Baku Mutu Air Limbah Industri.
- Kishor, R., Purchase, D., Ferreira, L. F., Mulla, S. I., Bilal, M., & Bharagava, R. N. 2020. Environmental and Health Hazards of Textile Industry Wastewater Pollutants and its Treatment Approaches. (C. M. Hussain, Ed.) *Environmental and Health Hazards of Textile Industry Wastewater Pollutants*. Middlesex University Research Repository. Pages 1-24.
- Meyer, S., Markova, M., Pohl, G., Marschall, T. A., Pivovarov, O., Pfeiffer, A. F., and Schwerdtle, T. 2018. Development, Validation and Application of an ICP-MS/MS Method to Quantify Minerals and (Ultra-) Traceelements in Human Serum. *Journal of Trace Elements in Medicine and Biology*. Pages 1-15.
- Mohwald, M. 2017. Aspherical, Nanostructured Microparticles for Pulmonary Gene Delivery to Alveolar Macrophages. *SciDok-Der Wissenschaftsserver der Universität des Saarlandes*.
- Mokoena, D. P., Mngadi, S. V., Sihlahla, M., Dimpe, M. K., andNomngongo, P. N. 2019. Development of a Rapid and Simple Digestion Method of Freshwater Sediments for As, Cd, Cr, Cu, Pb, Fe, and Zn Determination by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy (ICP-OES): An Evaluation of Dilute Nitric Acid. *Soil and Sediment Contamination: An International Journal*, Vol. 28 No. 3. Pages 323-333.
- Mulyati, A. H., Susanto, dan Apriyani, D. 2011. Validasi Metode Analisis Kadar Ambroksol Hidroklorida dalam Sediaan Tablet Cystelis secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Ekologia Jurnal Ilmiah Ilmu Dasar dan Lingkungan Hidup*. Hal. 36-46.
- Nurventi, N. 2019. Perbandingan Metode Analisis Logam Berat Kromium dan Timbal Menggunakan Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy (ICP OES) dan Atomic Absorbtion Spectrometry (AAS). Malang: Universitas Negeri Maulana Malik Ibrahim. Hal. 1-81.
- Purnamawati, F. S., Soeprobowati, T. R., dan Izzati, M. 2014. Potensi Chlorella Vulgaris Beijerinck dalam Remediasi Logam Berat Cd dan Pb Skala Laboratorium. *BIOMA*, Vol. 16 No. 2. Hal. 102 - 113.
- Rohayati, Y. 2020. Perhitungan Nilai Ketidakpastian pada Pengujian Sedimen Sungai dengan Teknik Fluoresensi Sinar-X (XRF). *Jurnal Teknologi Minerat dan Batubara*. Hal. 23-37.
- Wulandari, J. 2016. Analisis Kadar Logam Berat pada Limbah Industri Kelapa Sawit Berdasarkan Hasil Pengukuran Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS). *Pillar Of Physics*. Vol. 8. Hal. 57-64.