VALIDASI METODE PENGUJIAN KADAR UREA DALAM AIR BUANGAN DENGAN PEREAKSI PDAB MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS

Risma Sari[1], Ririn Trisna Yusuf[2]

Program Studi Analis Kimia, Politeknik ATI Padang
Jalan Bungo Pasang Tabing Padang 25170

**email : rismasari171@gmail.com*

Abstrak

Urea dalam air sangat tidak baik untuk lingkungan dan juga makhluk hidup karena dapat menimbulkan bau dan dapat merusak jaringan tubuh. Penelitian ini bertujuan untuk meverifikasi metode uji penetapan kadar urea dalam air buangan dengan pereaksi p-Dimethylamino benzaldehyde menggunakan Spektrofotometer UV-Vis di PT. Pupuk Kujang. Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometri. Dalam penelitian ini akan dilakukan beberapa parameter verifikasi yaitu presisi, akurasi (recovery), linearitas dan rentang kerja, dan limit deteksi dan limit kuantisasi. Berdasarkan pengujian parameter tersebut didapatkan nilai CV (Coefisien Variation) memenuhi syarat keberterimaan presisi yaitu CV ≤ CV Horwitz. Hasil akurasi pada konsentrasi spike 10%, 20%, 30%, 40% dan 50% berturut-turut adalah 102,608%, 106,540%, 101,713%, 106,409% dan 101,171%. Hasil rentang kerja dan linearitas, R^2 = 0,9994. Batas deteksi 0,0089 dan batas kuantisasi 0,0297. Berdasarkan hasil yang didapat dari verifikasi, metode uji kadar urea dalam air memenuhi persyaratan dan dapat digunakan untuk menentukan kadar urea dalam buangan.

Kata Kunci : *p-Dimethylamino benzaldehyde, Presisi, Spektrofotometri.*

VERIFY THE TEST METHOD OF DETERMINING UREA LEVELS IN WASTEWATER WITH P-DIMETHYLAMINO BENZALDEHYDE REAGENT USING UV-VIS

Abstract

Urea in water is not very good for the environment and also living things because it can cause odor and can damage body tissues. This study aims to verify the test method of determining urea levels in wastewater with p-Dimethylamino benzaldehyde reagent using UV-Vis Spectrophotometer. The method used in this study is Spectrophotometry. In this research, several verification parameters will be carried out, namely precision, accuracy, linearity and working range, and detection limits and quantization limits. Based on testing these parameters, the CV (Coefficient Variation) value meets the requirements for precision acceptance, namely CV ≤ CV Horwitz. Accuracy results at spike concentrations were 10%, 20%, 30%, 40% and 50%, respectively 102,608%, 106,540%, 101,713%, 106,409% and 101,171%. The results of the working range and linearity, R2 = 0.9994. Detection limit 0.0089 and quantization limit 0.0297. Based on the results obtained from the verification, the test

method of urea content in water meets the requirements and can be used to determine the level of urea in effluent.

Keywords : *p-Dimethylamino benzaldehyde, Precision, Spectrophotometry*

PENDAHULUAN

Pupuk urea adalah pupuk kimia yang mengandung nitrogen berkadar tinggi. Unsur nitrogen merupakan zat hara yang sangat diperlukan tanaman. Urea termasuk pupuk yang higroskopis (mudah menarik uap air). Pada kelembapan 73%, pupuk urea mudah larut dalam air dan mudah diserap oleh tanaman. Pupuk urea berbentuk butir-butir kristal berwarna putih, dengan rumus kimia NH_2CONH_2. Pupuk akan mudah berubah menjadi ammonia dan karbon dioksida jika dimasukkan ke tanah. Sifat lainnya ialah mudah tercuci oleh air dan mudah terbakar oleh sinar matahari (Lingga, 2008).

Urea juga dikenal dengan nama *carbamide* yang terutama digunakan di kawasan Eropa. Nama lain yang juga sering dipakaia dalah *carbamide resin*, *isourea*, *carbonyldiamide* dan *carbonyldiamine*. Senyawa ini adalah senyawa organik sintesis pertama yang berhasil dibuat dari senyawa organik. Urea merupakan suatu senyawa yang tidak berwarna, tidak berbau, higroskopis, mudah larut dalam air.

Penetapan kadar urea dalam air diperlukan untuk mengetahui kadar urea tersebut dalam air buangan. Metode untuk pengujian kadar tersebut dapat dilakukan menggunakan pereaksi *p*-Dimethylamino benzaldehyde (PDAB) dengan menggunakan alat Spektrofotometer UV-Vis. Spektrofotometri UV-Vis merupakan metode analisis yang digunakan untuk menentukan senyawa-senyawa organik yang spesifik di dalam sampel. Metode ini mengacu pada NASA TECH BRIEF tahun 1969.

Verifikasi metode sangat penting dilakukan karena digunakan untuk memastikan atau membuktikan bahwa metode yang digunakan dalam suatu penelitian telah memenuhi persyaratan sehingga dapat dinyatakan bahwa data yang diperoleh selama penelitian merupakan hasil yang baik dan dapat dipercaya. Oleh karena itu, perlu dilakukan verifikasi terhadap metode pengujian kadar urea dalam air buangan menggunakan pereaksi *p*-Dimethylamino benzaldehyde (PDAB) dengan Spektrofotometer UV-Vis.

Urea merupakan pupuk nitrogen yang paling mudah dipakai. Zat ini mengandung nitrogen paling tinggi (46%) di antara semua pupuk padat. Urea mudah dibuat menjadi pelet atau granul (butiran) dan mudah diangkut dalam bentuk curah maupun dalam kantong dan tidak mengandung bahaya ledakan. Zat ini mudah larut didalam air dan tidak mempunyai residu garam sesudah dipakai untuk tanaman. Kadang-kadang zat ini juga digunakan untuk pemberian makanan daun. Disamping penggunaannya sebagai pupuk, urea juga digunakan sebagai tambahan makanan protein untuk hewan pemamah biak, juga dalam produksi melamin, dalam pembuatan resin, plastik, adhesif, bahan pelapis, bahan anti ciut, tekstil, dan resin perpindahan ion. Bahan ini merupakan bahan antara dalam pembuatan amonium sulfat, asam sulfanat, dan ftalosianina (Austin, 1997).

Urea ditemukan pertama kali oleh Roelle pada tahun 1773 dalam urine. Pembuatan urea dari amonia dan asam sianida untuk pertama kalinya ditemukan oleh F.Wohler pada tahun 1828. Namun pada saat ini pembuatan

urea pada umumnya menggunakan proses dehidrasi yang ditemukan oleh Bassarow pada tahun 1870. Proses ini mensintesis urea dari pemanasan amonium karbamat. Prinsip pembuatan urea pada umumnya yaitu dengan mereaksikan antara amonia dan karbondioksida pada tekanan dan temperatur tinggi didalam reaktor kontinu untuk membentuk amonium karbamat (reaksi1) selanjutnya amonium karbamat yang terbentuk didehidrasi menjadi urea (reaksi 2).

Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

Reaksi 1 : $2\ NH_3(g) + CO_2(g) \rightleftarrows NH_2COONH_4(g)$

Reaksi 2 : $NH_2COONH_4(g) \rightleftarrows NH_2CONH_2(g) + H_2O(l)$

Sintesis urea dilakukan dengan amonia yang berlebih agar kesetimbangan dapat bergeser ke arah kanan sehingga dapat dihasilkan produk yang lebih banyak (Muliawati, 2007).

Air buangan industri umumnya mengandung senyawa kimia yang berbahaya bagi kesehatan manusia dan jasad-jasad yang berada dalam air, terutama zat-zat organik yang mudah mengalami pembusukan melalui proses biologi. Apabila hal tersebut terjadi dalam jumlah yang banyak maka dapat mengakibatkan berkurangnya oksigen terlarut, sehingga dapat membahayakan kehidupan di air.Pembuangan air limbah secara langsung ke sungai akan menyebabkan hal-hal seperti diatas, selain itu akan terjadi perubahan pH dan konsentrasi oksigen yang akan mempengaruhi seluruh sistem biologi, perubahan temperatur akan mempengaruhi kecepatan reaksi kimia.

METODE PENELITIAN

Sampel yang digunakan pada pengujian ini adalah sampel pupuk urea non-subsidi dan sampel air buangan Industri, yang diambil langsung oleh analis ditempat pengemasan (*bagging*) dan pada titik pengambilan sampel. Sampel ditimbang sebanyak 15,4 gram sampel urea kemudian dilarutkan dengan 4 L air kran.

Linearitas

Dibuat deret standar urea dengan konsentrasi 0; 20; 40; 60; 80; 100; 120; 140; 160; 180; dan 200 mg dengan memindahkan secara seri 0; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; dan 10 mL larutan standar urea 20 mg/mL ke dalam labu takar 50 mL. Ditambahkan 5 mL larutan buffer 6,86 dan 10 mL PDAB, diaduk dan ditera dengan aquades lalu dihomogenkan. Dibaca absorbansinya dengan spektrofotometer pada λ = 425 nm.

Rentang Kerja

Dibuat deret standar urea dengan konsentrasi 0; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; dan 80 mg dengan memindahkan secara seri 0; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; dan 8 mL larutan standar urea 10 mg/mL ke dalam labu takar 50 mL. Ditambahkan 5 mL larutan buffer 6,86 dan 10 mL PDAB, diaduk dan ditera dengan aquades lalu dihomogenkan. Dibaca absorbansinya dengan spektrofotometer pada λ = 425 nm.

Presisi

Disiapkan 10 labu ukur 50 mL. Kemudian dipipet 10mL contoh kedalam masing-masing labu ukur 50 mL. Ditambahkan 5 mL larutan buffer 6,86 dan 10 mL PDAB, diaduk dan

ditera dengan aquades lalu dihomogenkan. Dibaca absorbansinya dengan spektrofotometer pada ƛ = 425 nm.

Akurasi

Disiapkan 50 labu ukur 50 mL. Kemudian dipipet 10mL contoh ke dalam masing-masing labu ukur 50 mL. Ditambahkan 10%; 20%; 30%; 40% dan 50% standar dari konsentrasi sampel. (untuk setiap persen standar yang ditambahkan digunakan 10 labu ukur). Ditambahkan 5 mL larutan buffer 6,86 dan 10 mL PDAB, diaduk dan ditera dengan aquades lalu dihomogenkan. Dibaca absorbansinya dengan spektrofotometer pada ƛ = 425 nm.

Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi

Dilakukan pengenceran contoh hingga 1000x pengenceran. Disiapkan 10 labu ukur 50 mL. Kemudian dipipet 10 mL contoh kedalam masing-masing labu ukur 50 mL. Ditambahkan 5 mL larutan buffer 6,86 dan 10 mL PDAB, diaduk dan ditera dengan aquades lalu dihomogenkan. Dibaca absorbansinya dengan spektrofotometer pada ƛ = 425 nm.

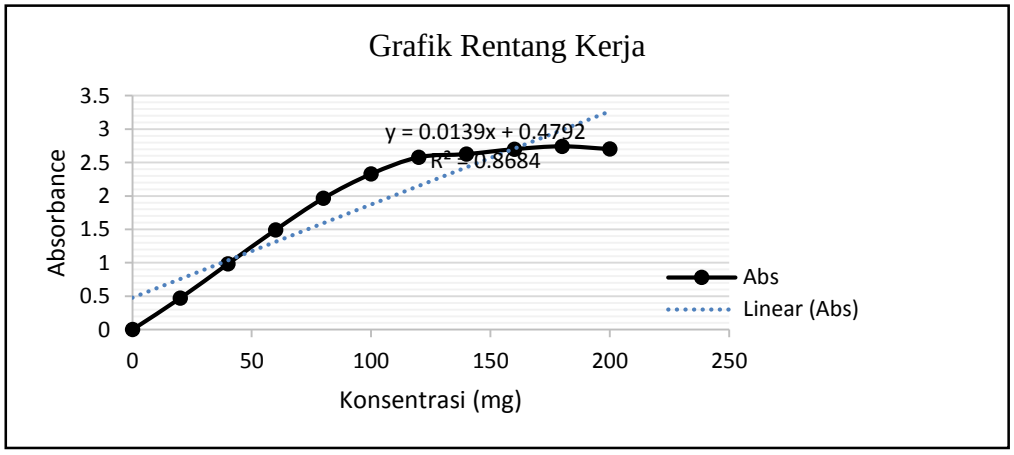
Penentuan Kadar Urea

Dipipet sejumlah contoh (tergantung pada masing-masing pengenceran) ke dalam masing-masing labu ukur 50 mL. Ditambahkan 5 mL larutan buffer 6,86 dan 10 mL PDAB, diaduk dan ditera dengan aquades lalu dihomogenkan. Dibaca absorbansinya dengan spektrofotometer pada ƛ = 425 nm.

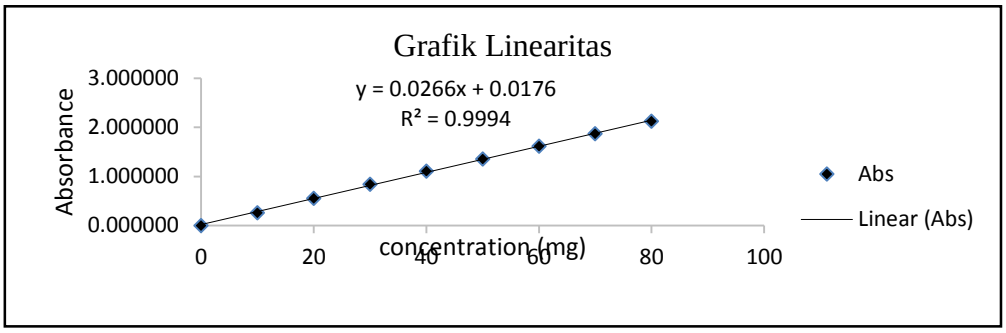
HASIL DAN PEMBAHASAN

Rentang Kerja dan Linearitas

Penetapan rentang kerja pada percobaan ini dilakukan dengan menggunakan standar induk urea dengan konsentrasi 20 mg/mL dengan konsentrasi deret standar 0; 20; 40; 60; 80; 100; 120; 140; 160; 180; dan 200 mg, sedangkan untuk penetapan linearitas digunakan standar induk urea dengan konsentrasi 10 mg/mL dengan konsentrasi deret standar 0; 10; 20; 30; 40; 50; 60; 70; dan 80 mg. Hasil analisis rentang kerja dan linearitas dapat dilihat pada Gambar 1 dan Gambar 2.



Gambar 1. Grafik rentang kerja



Gambar 2. Grafik linearitas

Presisi

Pengujian presisi pada penelitian ini dilakukan dengan melakukan 10 kali pengulangan. Untuk hasil pengukuran presisi dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengukuran presisi

No	Volume Sampel	Konsentrasi Sampel
1	10 mL	39,629
2	10 mL	39,001
3	10 mL	39,252
4	10 mL	39,050
5	10 mL	39,424
6	10 mL	39,477
7	10 mL	39,637
8	10 mL	39,738
9	10 mL	39,979
10	10 mL	39,301
Rata-Rata	10 mL	39,449
Standar Deviasi		0,30807
CV		0,78095
CV Horwitz		2,30055684
2/3 % CV Horwitz		1,541373083
Syarat keberterimaan		CV ≤ 2/3 CV Horwitz
Kesimpulan		Memenuhi

Akurasi

Pada penentuan akurasi digunakan metode standar adisi. Pengujian akurasi ini dilakukan penambahan spike (standar urea) sebesar 10%; 20%; 30%; 40% dan 50% dari konsentrasi sampel yaitu sebanyak 4; 8; 12; 16 dan 20 mg standar urea. Untuk hasil pengukuran akurasi dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil pengukuran akurasi dengan standar adisi

RECOVERY		
No	**Recovery**	**Rata - rata pengukuran**
1	10%	102,608%
2	20%	106,540%
3	30%	101,713%
4	40%	106,409%
5	50%	101,171%
rata-rata		103,688%
Syarat keberterimaan		92% - 105%
Kesimpulan		Memenuhi

Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi

Penetapan limit deteksi dan limit kuantisasipada percobaan ini dilakukan dengan mengukur kadar urea dalam sampel yang telah diencerkan sebanyak 1000 kali dan untuk pengukurannya dilakukan dengan 10 kali pengulangan. Hasil dari pengukuran limit deteksi metode dan limit kuantisasi alat dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Pengukuran Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi

No.	Abs larutan	Konsentrasi larutan (mg)
1	0,0003	0,064
2	0,0003	0,064
3	0,0001	0,057
4	-0,0002	0,042
5	-0,0004	0,035
6	-0,0000	0,049
7	-0,0000	0,047
8	0,0001	0,056
9	0,0002	0,058
10	0,0000	0,050
Rata – rata		0,05220
Standar Deviasi		0,00938
S'o		0,00297
LOD		0,00890
LOQ		0,02966

Penentuan Kadar Urea

Pada penentuan kadar urea dilakukan terhadap beberapa sampel air buangan Industri. Hasil pengukurannya dapat dilihat pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil pengukuran penentuan kadar urea

Kode Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (mg/mL)
PS-5	0,072	2,468
6J	0,014	0,481
PO IV	0,287	9,796
PO V	0,360	12,308

PEMBAHASAN

Rentang Kerja dan Linearitas

Rentang kerja dan liniearitas didapatkan melalui pengukuran larutan standar. Dari pengukuran larutan standar tersebut kemudian diperoleh kurva kalibrasi standar yang menyatakan kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit sampel. Pengujianini dilakukan untuk mengetahui kemampuan standar dalam mendeteksi analit dalam contoh. Kurva kalibrasi urea diperoleh dengan cara mengukur absorbansi dari larutan standar urea dengan panjang gelombang 425 nm.

Pada pengujian daerah (rentang) kerja dapat dilihat dari Gambar 1, dimana grafik tersebut membentuk signoid pada konsentrasi 100 mg. Bila pembuatan kurva kalibrasi standar di perkecil antara 0 mg sampai 100 mg, maka didapatkan regresi sebesar 0,9975 (dapat dilihat pada lampiran). Hasil ini sudah dapat dikatakan memenuhi persyaratan linearitas namun untuk hasil yang lebih maksimal dalam pengujian linearitas digunkan retang kerja dari 0 mg sampai 80 mg yang mana pada Gambar 2. dapat dilihat nilai regresinya sebesar 0,9994. Dengan hasil tersebut dapat dikatakan bahwa pengerjaan linearitas dan rentang kerja sudah tepat karena menurut (Chan, 2004), linieritas metode dapat menggambarkan ketelitian pengerjaan analisis suatu metode yang ditunjukkan oleh nilai koefisien determinasi sebesar > 0,997 dengan batas 1.

Presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan kedekatan antara nilai hasil pengukuran dari sampel yang homogen pada kondisi normal (sampel yang sama diuji secara berurutan dengan menggunakan alat yang sama). Presisi dapatdipengaruhi oleh kesalahan acak (*random error*), antara lain ketidakstabilan instrumen, variasi suhu atau pereaksi, keragaman teknik dan operator yang berbeda. Pengujian presisi dilakukan terhadap sampel dengan jumlah pengulangan sebanyak 10 kali. Setelah didapatkan hasil uji yang berupa konsentrasi urea, langkah

selanjutnya dilakukan analisa perhitungan. Analisa untuk perhitungan presisi itu sendiri antara lain menghitung nilai rata-rata, standar deviasi, CV *(Coefiscien Variation)* dan CV Horwitz. Keberterimaan presisi memenuhi syarat jika hasil perhitungan CV lebih kecil atau sama dengan 2/3 CV Horwitz yang mana hasilnya harus menunjukan < 2%. Dari hasil perhitungan pada tabel 4, untuk keberterimaan presisinya memenuhi syarat keberterimaan menurut Eurachem Guide Second Edition. Hal tersebut menunjukkan bahwa presisi metode untuk pengujian urea dengan reagen PDAB menggunakan Spektrofotometer UV - Vis memenuhi syarat.

Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dapat dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan.Nilai % *recovery* didapatkan dari perbandingan antara selisih konsentrasi sebenarnya dengan konsentrasi teoritis, hasilnya dalam perseratus bagian (%). Syarat keberterimaannya jika % *recovery* berada pada kisaran 92 % - 105 %. Dari hasil pengujian larutan didapatkan nilai % *recovery* sebesar 103,688%. Untuk hasil lebih lanjut dapat dilihat pada tabel 2. Dari hasil tersebut berada dalam rentang syarat keberterimaan, oleh karena itu akurasi metode untuk pengujian kedua logam tersebut memenuhi syarat.

Limit Deteksi dan Limit Kuantisasi

Dari hasil pengukuran sampel yang telah dilakukan pengenceran, didapatkan nilai limit deteksi metode sebesar 0,08 mg/mL dan limit kuantisasi sebesar 0,15 mg/mL. Nilai limit deteksi metode sebesar 0,08 mg/mL merupakan kadar urea terkecil dalam sampel yang dapat diukur sebagai kadar analit dengan metode PDAB. Jika kadar urea dalam air yang terukur dalam sampel kurang dari 0,08 mg/mL maka belum dapat dipercaya bahwa kadar tersebut merupakan kadar analit dalam sampel. Nilai limit kuantisasi sebesar 0,15 mg/mL merupakan nilai yang dipercaya menunjukkan kadar analit yang terkuantisasi dapat terukur menggunakan metode PDAB. Menurut Astuti (2002), hasil pengukuran kadar urea sampel yang telah dilakukan pengenceran bertingkat memberikan informasi mengenai konsentrasi analit terendah yang dapat memberikan respon yang terdeteksi diatas level *noise* dari sistem.

Penentuan Kadar Urea

Berdasarkan hasil pengukuran sampel air buangan yang telah dilakukan didapatkan hasil pengukuran seperti yang terdapat pada tabel 4 dimana dapat dilihat pada pengukuran sampel 6J terdapat kadar urea sebesar 0,481 mg/mL atau setara dengan 481 ppm. Sebagai patokan sebelum di buang ke sungai cikaranggelam dilakukan pengukuran pada titik 6J. Sedangkan menurut standar yang digunakan yaitu The National Fertilizer Company of Nigeria (NAFCON) kadar urea dalam air yang dapat dibuang ke anak sungai dalah berkisar dari 148.02 ppm -644.40 ppm. Berdasarkan hasil pengukuran dapat dikatakan bahwa air buangan sudah memenuhi standar lingkungan menurut NAFCON.

KESIMPULAN

Dari verifikasi metode yang dilakukan terhadap metode pengujian kadar urea dalam air buangan diperoleh linearitas 0,9994. Nilai CV (Coeficien Variation) 0,78095%. Untuk nilai akurasi yang dinyatakan

dalam %*recovery* adalah 103,688%. Sedangkan untuk nilai LOD (Limit of Detection) adalah 0,00890 dan untuk nilai LOQ (Limit of Quantitation) adalah 0,02967. Hasil validasi metode tersebut memenuhi syarat keberterimaan sesuai dengan standar AOAC (*Association of Analytical Communities*) tahun 2002.

Dari pengukuran sampel yang dilakukan didapatkan hasil sebesar 0,481 mg/mL atau setara dengan 481 ppm urea dalam air buangan Industri. Hasil dari penentuan kadar urea dalam air buangan tersebut sudah sesuai dengan The National Fertilizer Company of Nigeria (NAFCON).

DAFTAR PUSTAKA

Achmad, H. 1992. *Kimia Unsur dan Radio kimia*. PT Citra Aditya Bakti. Bandung

Achmad, K. S. 2002. *Validasi Metode Uji*. Direktorat Penerapan Standarisasi dan Akreditasi Laboartorium Badan Standarisasi Nasional. Jakarta

Astuti.J.& Sukiman. 2002. *Peranan Validasi Metode Uji dalam Menghasilkan Data Uji yang baik*. Warta Akab 14 : 43-47

Ginting, Perdana. 2007. *Sistem Pengelolaan Lingkungan dan Limbah Industri*, Cetakan pertama. Bandung : Yrama Widya. Hal 37-45

Green.J.M.1996. *A Practical Guide To Analytical Method Validation Analytical Chemistry*. The American Society

Khopkar,S.M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta. Penerbit Universitas Indonesia. Hal 216-217

Palar. 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Rineka: Cipta Jakarta.