

# PENENTUAN LIMIT DETEKSI PENGUJIAN GAS HIDROGEN KLORIDA (HCl) DARI EMISI SUMBER TIDAK BERGERAK MENGGUNAKAN KROMATOGRAFI ION

## *DETERMINATION OF LIMIT DETECTION OF HYDROGEN CHLORIDE (HCl) TESTING IN FLUE GAS USING ION CHROMATOGRAPHY*

Retno Puji Lestari, Resi Gifrianto dan Anwar Hadi<sup>1)</sup>

(Diterima tanggal 27 Februari 2017; Disetujui tanggal 8 Mei 2017)

### ABSTRAK

Pengujian kadar gas hidrogen klorida (HCl) dari emisi sumber tidak bergerak yang dilakukan oleh laboratorium-laboratorium lingkungan di Indonesia mengacu pada SNI 19-7117.8-2005. Di dalam metode spektrofotometri tersebut digunakan beberapa bahan berbahaya dan beracun (B3) antara lain merkuri tiosianat, metanol, dan asam perklorat. Laboratorium P3KLL menentukan limit deteksi terhadap metode uji yang diadopsi dari JIS K 0107-1995 menggunakan instrumen kromatografi ion DIONEX ICS5000. Instrumen IC5000 dilengkapi dengan detektor konduktivitas, penggunaan EGC (*Eluent Generator Cartridge*) yang ditambahkan dengan *Carbonate Removal*, dan mempunyai ukuran *loop* sampel 50 $\mu$ L. Kolom separator IonPac AS18 dengan kolom penjaga IonPac AG18 dan

suppressor ASRS-II digunakan pada suhu 35 C. Larutan yang digunakan sebagai eluen adalah H<sub>2</sub>O (DHL < 1 $\mu$ S/cm) pada laju alir 1 L/menit. Tahapan kegiatan terdiri dari persiapan, pengambilan contoh uji dan validasi metoda. Pengambilan contoh uji dilakukan tiga kali di insenerator sebagai bagian dari tahapan validasi yaitu mengkonfirmasi rentang uji. Dari hasil kajian tersebut, diperoleh LoD = 0,6 mg/Nm<sup>3</sup>, LoQ = 2 mg/Nm<sup>3</sup>, dan LoL = 129 mg/Nm<sup>3</sup>, dimana JIS K 0107-1995 "*Methods for Determination of Hydrogen Chloride in Flue Gas*" memiliki rentang kerja 0,6 – 130 mg/Nm<sup>3</sup>. Disimpulkan bahwa metode terverifikasi sesuai tujuan dan laboratorium P3KLL mampu menunjukkan kompetensinya dalam menerapkan metode pengujian HCl tersebut.

**Kata kunci:** hidrogen klorida, emisi sumber tidak bergerak, kromatografi ion

### ABSTRACT

*Determination of hydrogen chloride (HCl) in flue gas was conducted by the environmental laboratories in Indonesia according to the method of SNI 19-7117.8-2005. Within this spectrophotometry method, there are several toxic reagents were used such as mercury thiocyanate, methanol, and perchloric acid. Laboratory of P3KLL determined the limit detection from adopted method of JISK 0107-1995 using ion chromatography instrument, DIONEX ICS5000. The IC5000 equipped with conductivity detector, EGC (Eluent Generator Cartridge), Carbonate Removal, and 50 $\mu$ L sample loop. IonPac AS18 column, IonPac Ag18 guard column and ASRS-II suppressor were used at 35 C. The eluent was H<sub>2</sub>O (EC < 1 $\mu$ S/cm) at a flow rate of 1 L/min. The sampling was conducted three times in incinerator as part of method validation i.e. confirmation of analytical range. The result showed that LoD of 0,6 mg/Nm<sup>3</sup>, LoQ of 2 mg/Nm<sup>3</sup> and LoL of 129 mg/Nm<sup>3</sup> were obtained, whereas JIS K 0107-1995 "*Methods for Determination of Hydrogen Chloride in Flue Gas*" having a working range of 0,6 – 130 mg/Nm<sup>3</sup>. It is concluded that the method was verified according the goal, and the laboratory of P3KLL was able to show its competency in order to apply the testing method of HCl.*

**Keywords:** hydrogen chloride, flue gas emission, ion chromatography

<sup>1)</sup> Pusat Penelitian dan Pengembangan Kualitas dan Laboratorium Lingkungan – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (P3KLL – KLHK) di Kawasan PUSPIPTEK Gedung 210 Serpong - Tangerang, Banten Telp/Faks. 021-7560981, email: emc\_acdep@yahoo.com

## PENDAHULUAN

Pada prinsipnya, laboratorium dapat menggunakan metode standar mutakhir yang dipublikasikan secara internasional, regional, atau nasional. Selain itu, laboratorium dapat juga menggunakan metode non-standar yang diterbitkan oleh organisasi teknis yang mempunyai reputasi, jurnal ilmiah yang relevan, atau spesifikasi pabrik pembuat alat. Di sisi lain, ISO/IEC 17025 mensyaratkan bahwa laboratorium harus menggunakan metode pengujian yang memenuhi kebutuhan pelanggan. Sehubungan dengan hal tersebut, laboratorium harus melakukan pemilihan metode pengujian yang didasarkan pada sumber daya laboratorium yang tersedia, namun dapat memenuhi persyaratan serta kebutuhan pelanggan.

Terkait hal tersebut, penerapan SNI 19-7117.8-2005 tentang cara uji kadar hidrogen klorida (HCl) dengan metode merkuri tiosianat menggunakan spektrofotometer pada emisi gas buang sumber tidak bergerak perlu dikaji ulang. Hal ini disebabkan karena beberapa bahan kimia yang digunakan dalam SNI 19-7117.8-2005 menggunakan bahan beracun dan berbahaya bagi manusia dan lingkungan hidup, yaitu Hg (CNS)<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>OH, maupun HClO<sub>4</sub>. Selain itu, metode ini kurang efisien karena membutuhkan waktu tunggu pembentukan warna selama 30 menit sebelum dilakukan pembacaan nilai serapan pada spektrofotometer. Sehubungan dengan hal tersebut, perlu dicari metode pengujian lain yang lebih efisien dan ramah lingkungan.

Salah satu metode pengujian HCl dalam emisi gas buang dari sumber tidak bergerak yang perlu dipertimbangkan adalah metode kromatografi ion (Ion Chromatography, IC). IC merupakan salah satu teknik pemisahan senyawa dalam larutan berdasarkan interaksi muatan positif dan negatif antara molekul spesifik dengan matriks yang berada di dalam kolom (11). Pengukuran anion dan kation dengan menggunakan metode IC dapat dilakukan pada konsentrasi relatif rendah terhadap senyawa-senyawa halogen seperti HCl (2,3), F (4), Br (5) dan gas-gas NO<sub>x</sub>(6) serta SO<sub>x</sub>(7,8). Metode IC dipilih karena preparasi yang sederhana, sensitivitas instrumen tinggi (9), serta menggunakan bahan kimia ramah lingkungan. Tahapan analisis yang dilakukan lebih efisien karena tidak membutuhkan penambahan bahan kimia dan pengujian dapat dilakukan secara simultan untuk ion-ion lainnya. Akan tetapi, metode ini membutuhkan investasi, biaya operasional, serta keterampilan analisis lebih tinggi untuk mengoperasikan instrumen IC. Ruang lingkup kajian ini adalah pengukuran HCl dengan larutan penjerap H<sub>2</sub>O menggunakan IC DIONEX ICS-5000. Instrumen IC tersebut dilengkapi dengan penggunaan EGC yang ditambahkan dengan Carbonate Removal, detektor konduktivitas, dan mempunyai ukuran loop sampel 50µL. Kolom separator IonPac AS18 dengan kolom penjaga IonPac AG18 dan suppressor ASRS-II digunakan pada suhu 35°C. Larutan yang digunakan sebagai eluen adalah H<sub>2</sub>O (DHL < 1µS/cm) dengan laju alir 1 L/menit. Kajian ini terdiri dari pengambilan contoh uji

yang dilakukan di suatu insenerator yang berlokasi di Jakarta, sementara proses analisis dilakukan di laboratorium udara Pusat Penelitian dan Pengembangan Kualitas dan Laboratorium Lingkungan – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (P3KLL – KLHK) di Serpong. Metode pengujian mengacu pada JIS K 0107-1995 “Methods for Determination of Hydrogen Chloride in Flue Gas” yang memiliki rentang kerja 0,6 – 130 mg/Nm<sup>3</sup>.

## METODOLOGI

Metode penentuan HCl dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak menggunakan kromatografi ion berdasarkan pada teknik pemisahan anion klorida (Cl<sup>-</sup>) yang berasal dari hasil penjerapan gas HCl dari emisi sumber tidak bergerak dalam suatu kolom kromatografi menggunakan detektor konduktivitas.

Tahapan kegiatan kajian ini terdiri dari persiapan seluruh sumber daya laboratorium, pengambilan contoh uji di fasilitas incinerator dan validasi metode. Persiapan sumber daya mencakup evaluasi kelaikan peralatan pengambilan contoh uji, peralatan gelas, IC dan peralatan ukur yang mempengaruhi signifikan terhadap pengujian HCl. Bahan kimia yang digunakan pada kajian ini adalah bahan kimia pro analisis komersial yaitu larutan standar Cl<sup>-</sup> 1000 mg/L dari Cica-Reagent. Pengambilan contoh dilakukan sesuai metode SNI 19-7117.8-2005 (10) dengan modifikasi penggunaan larutan penjerap H<sub>2</sub>O sesuai JIS K 0107 – 1995 (2). Setelah pengambilan

contoh uji dilakukan, larutan contoh uji dari kedua botol penjerap dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL, dibilas dan diencerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu dihomogenkan. Pembuatan larutan blanko diambil dari 100 mL H<sub>2</sub>O (2).

Tahapan validasi metode dimulai dari pembuatan kurva kalibrasi pada rentang kerja metode sebagaimana tercantum pada JIS K 0107 – 1995. Pembuatan kurva kalibrasi ini bertujuan untuk menghitung batasan metode (Limit of Detection, LoD) dan batas kuantifikasi (Limit of Quantitation, LoQ). Sehubungan dengan penentuan LoD dan LoQ ini masih dalam satuan mg/L, maka nilai tersebut harus dikonversi ke dalam satuan udara (mg/Nm<sup>3</sup>) dengan mempertimbangkan data lapangan saat pengambilan sampel dilakukan. Penentuan batas linearitas (Limit of Linearity, LoL) dilakukan dengan pengukuran masing - masing 10 kali terhadap konsentrasi larutan standar terendah dan standar tertinggi (11). Standar deviasi masing-masing konsentrasi larutan tersebut dihitung dan dilakukan perhitungan uji F serta dibandingkan dengan nilai tabel-F.

Penentuan LoD dan LoQ ditentukan berdasarkan rumus sebagai berikut:

$$LoD_{(L)} = x_0 = \frac{y_0 - a}{b} \text{ dimana } y_0 = a + 3sd_{xy}$$

dengan demikian  $LoD_{(L)} = \frac{3sd_{xy}}{b}$

Keterangan

$LoD_{(L)}$  = *Limit of Detection* dalam larutan (mg/L)

$x_0$  = kadar dalam kurva kalibrasi yang digunakan untuk penentuan LoD

$y_0$  = area dalam kurva yang digunakan untuk penentuan LoD  
 $a$  = intersep  
 $b$  = *method slope*

$P_a$  = tekanan atmosfer (mmHg)  
 $P_m$  = tekanan gauge yang dibaca pada gas meter (mmH<sub>2</sub>O) dan dikonversi ke satuan mmHg  
 Dengan demikian, LoD<sub>(G)</sub> dan LoQ<sub>(G)</sub> diperoleh sebagai berikut:

sedangkan LoQ ditentukan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$LoD_{(G)} = \frac{LoD_{(L)}}{V_s} V_{(HCl)} \frac{BM_{HCl}}{BA_{Cl}}$$

dan

$$LoQ_{(G)} = \frac{LoQ_{(L)}}{V_s} V_{(HCl)} \frac{BM_{HCl}}{BA_{Cl}}$$

LoQ<sub>(L)</sub> = ..... dimana  $sd_{xy}$

**Keterangan**

- LoD<sub>(L)</sub> = *Limit of Quantitation* dalam larutan (mg/L)
- $x_1$  = kadar dalam kurva kalibrasi yang digunakan untuk penentuan LoQ
- $y_1$  = area dalam kurva kalibrasi yang digunakan untuk penentuan LoQ
- $a$  = intersep
- $b$  = *method slope*

- keterangan:  
LoD<sub>(G)</sub> = *limit of detection* dalam larutan (mg/Nm<sup>3</sup>)
- LoD<sub>(L)</sub> = *limit of detection* dalam larutan (mg/L)
- LoQ<sub>(G)</sub> = *limit of quantitation* dalam larutan (mg/Nm<sup>3</sup>)
- LoQ<sub>(L)</sub> = *limit of quantitation* dalam larutan (mg/L)
- $V_{(HCl)}$  = volume akhir larutan contoh uji HCl = 100 mL = 0,1 L
- $V_s$  = volume contoh uji gas pada kondisi normal 25°C, 760 mmHg (Nm<sup>3</sup>)
- BM<sub>HCl</sub> = berat molekul HCl = 36,5
- BA<sub>Cl</sub> = berat atom Cl = 35,5

Sehubungan dengan LoD<sub>(L)</sub> dan LoQ<sub>(L)</sub> yang diperoleh masih dalam satuan mg/L dikarenakan penentuan hanya menggunakan kurva kalibrasi regresi linear, maka dilakukan konversi dengan mempertimbangkan jumlah volume larutan Hcl yang digunakan saat pembacaan IC dan data pengukuran lapangan volume udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal dan dihitung dengan persamaan sebagai berikut:

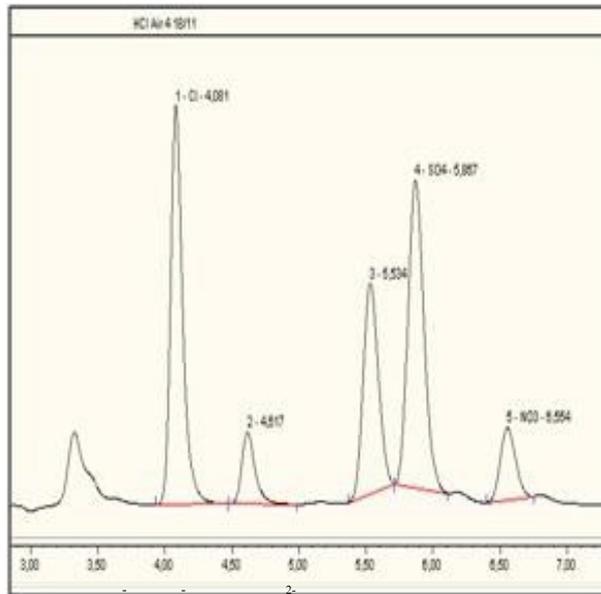
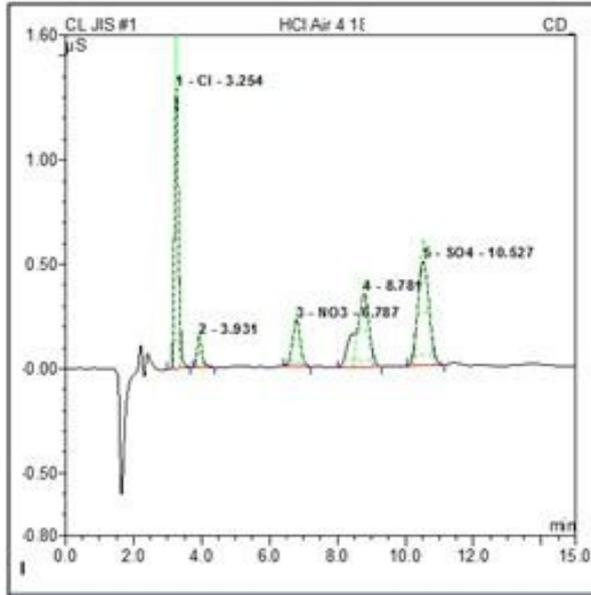
$$V_s = V \times \frac{298}{298 + t} \times \frac{(P_a + P_m)}{760}$$

- keterangan:
- $V_s$  = volume contoh uji gas pada kondisi normal 25°C, 760 mmHg (Nm<sup>3</sup>)
- $V$  = volume contoh uji gas yang dihisap (L)

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Hasil pengujian senyawa halogen dan SO<sub>x</sub> secara simultan dari emisi sumber tidak bergerak dengan larutan penjerap NaOH 0,1 N telah dilakukan oleh Nonomura dan Kurita (2011) menggunakan instrumen IC DIONEX DX500 dengan *loop* sampel berukuran 25 mL (12). Dalam metode tersebut digunakan

kolom separator IonPac AS12A dengan kolom penjaga IonPac AG12 dan suppressor ASRS-II pada suhu 35°C. Larutan yang digunakan sebagai eluen adalah  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2,7 mM +  $\text{NaHCO}_3$  0,3 mM dengan laju alir 1.3 L/menit (12). Penelitian tersebut lebih menekankan pada pengukuran parameter halogen yaitu  $\text{F}^-$  dan  $\text{Cl}^-$  serta  $\text{SO}_x$ .



Gambar 1: Kromatogram IC DIONEX ICS5000 untuk parameter  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ , dan  $\text{SO}_4^{2-}$ , (a) IC dengan eluen campuran  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  2,7mM dan  $\text{NaHCO}_3$  3mM, (b) IC menggunakan EGC dan Carbonate Removal dengan eluen  $\text{H}_2\text{O}$ .

Pada gambar 1(a) terlihat adanya *water dip* sebelum kromatogram-kromatogram anion muncul, dimana hal ini lazim terjadi akibat penggunaan eluen karbonat. Namun demikian, apabila melakukan analisis senyawa halogen secara simultan adanya *water dip* akan berpengaruh pada pembacaan peak anion  $\text{F}^-$  dengan konsentrasi rendah, karena  $\text{F}^-$  memiliki waktu retensi (Rt) lebih kecil  $\text{Cl}^-$ . Hal ini dapat diatasi dengan penggunaan EGC dan carbonate removal. Fungsi EGC adalah membuat eluen secara otomatis untuk mengurangi kesalahan operator. Carbonate

removal berfungsi sebagai penghilang karbonat dalam contoh uji karena  $\text{CO}_3^{2-}$  dapat mengganggu pembacaan *peak* bagi  $\text{F}^-$  dan  $\text{Cl}^-$ . Adanya kedua fitur di atas akan memberikan hasil pembacaan *peak* lebih baik, tidak diperlukan penukaran ion dengan penyaringan menggunakan resin dan tidak diperlukan proses aerasi guna menghilangkan pengganggu karbonat, karena aerasi akan mengurangi konsentrasi  $\text{NO}_3^-$  di dalamnya (1). Penentuan LoD dan LoQ pengujian gas HCl dari emisi sumber tidak bergerak menggunakan metode kromatografi ion dilakukan melalui

penentuan kurva kalibrasi dengan mengukur area kromatogram pada deret kurva standar skala penuh tanpa blanko. Hasil pengukuran dihitung untuk mencari persamaan garis dan linearitas seperti terlihat pada tabel berikut:

Tabel 1: Pembuatan kurva kalibrasi

Larutan Standar	Konsentrasi (mg/L)	Area
Std-1	0,020	0,0103
Std-2	0,100	0,0321
Std-3	0,400	0,1369
Std-4	0,800	0,2481
Std-5	1,400	0,4523
Std-6	2,000	0,6374
Std-7	3,000	0,9615
Std-8	5,000	1,5812
Std-9	10,000	3,1952
Std-10	15,000	4,7447
Std-11	20,000	6,3494
Std-12	25,000	7,9635

Gambar 2: Kurva Kalibrasi penentuan LoD LoQ

Berdasarkan kurva kalibrasi, diperoleh persamaan regresi linear  $y = 0,378x + 0,002$  dengan koefisien determinasi ( $R^2$ ) = 1 dan standar deviasi residual ( $sd_{xy}$ ) = 0,0121. Sebelum persamaan regresi linear tersebut digunakan lebih lanjut untuk menentukan LoD dan LoQ, maka perlu dilakukan evaluasi dengan membandingkan batas keberterimaan sebagai berikut:

Keterangan	Nilai	Batas keberterimaan	Kesimpulan
<i>Method slope</i> (b)	0,3178	-----	
Intersep (a)	0,0020	$(a/b) \leq 0,4 \times \text{kadar terendah}$ $(0,0020/0,3178) \leq 0,4 \times 0,02$ $0,006 \leq 0,008$	Diterima
Koefisien determinasi ( $R^2$ )	1,0000	$R^2 \geq 0,990$	Diterima
Koefisien korelasi (r)	1,0000	$r \geq 0,995$	Diterima
Standar deviasi residual ( $sd_{xy}$ )	0,0121	-----	
Kesimpulan linearitas kurva kalibrasi adalah diterima			

Berdasarkan data tersebut di atas, maka dengan menggunakan persamaan LoD diperoleh:

$$LoD_{(t)} = \frac{3sd_{xy}}{b} = \frac{3(0,0121)}{0,3178} = 0,114 \text{ mg/L}$$

Sedangkan dengan menggunakan persamaan LoQ, diperoleh :

$$LoQ_{(L)} = \frac{3sd_{xy}}{b} = \frac{10(0,0121)}{0,3178} = 0,381 \text{ mg/L}$$

Jika data pengukuran lapangan, diperoleh data sebagai berikut :

- Volume larutan = 0,2 mL
- Volume udara yang dihisap (V) = 20 liter
- Suhu udara (t) = 30°C
- Tekanan atmosfer (P<sub>a</sub>) = 760 mmHg
- Tekanan gauge dibaca = 0,294 mmHg pada gas meter (P<sub>m</sub>)

maka :

$$LoD_{(G)} = \frac{LoD_{(L)}}{V_s} (V_{HCl}) = \frac{0,114}{0,0197} \frac{36,5}{35,5} = 0,6 \text{ mg/Nm}^3$$

dan :

$$LoQ_{(G)} = \frac{LoQ_{(L)}}{V_s} (V_{HCl}) = \frac{0,381}{0,0197} \frac{36,5}{35,5} = 2 \text{ mg/Nm}^3$$

Dalam implementasinya, ketika hasil pengujian HCl dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak kurang dari 0,6 mg/Nm<sup>3</sup>, maka laboratorium P3KLL harus melaporkan kurang dari LoD<sub>(G)</sub>. Namun, jika hasil pengujian diantara LoD<sub>(G)</sub> dan LoQ<sub>(G)</sub>, maka hasil

pengujian dilaporkan tanpa menyertakan estimasi ketidakpastian. Ketika hasil pengujian lebih dari nilai LoQ<sub>(G)</sub> hasil verifikasi, maka harus dilaporkan hasil dengan estimasi ketidak pastiannya (14).

*Limit of linearity* merupakan batas kadar tertinggi analit dari suatu metode pengujian tertentu. Rentang kadar antara LoQ dan LoL dalam kurva kalibrasi disebut rentang kerja (*working range*) metode pengujian. Rentang kerja metode tersebut harus merupakan garis lurus (linear) yang memenuhi batas keberterimaan statistika. Penetapan LoL dilakukan sesuai tahapan pengerjaan yaitu membuat minimum 7 deret kadar larutan kerja tanpa blanko dengan mempertimbangkan rentang pengujian metode yang sedang diverifikasi, kemudian melakukan 10 kali pengulangan pengukuran untuk kadar rendah dan kadar tinggi pada larutan kerja tersebut dan menghitung batas keberterimaan secara statistika (13). Dengan mempertimbangkan hal tersebut, maka diperoleh data sebagai berikut

Tabel 3: Penentuan *limit of linearity* (LoL)

Standar	Kadar (mg/L)	Area-1	Area-2	Area-3	Area-4	Area-5	Area-6	Area-7	Area-8	Area-9	Area-10	SD
Std -1	0.02	0.042	0.010	0.026	0.022	0.014	0.040	0.038	0.041	0.015	0.017	0.013
Std -2	0.10											
Std -3	0.40											
Std -4	0.80											
Std -5	1.40											
Std -6	2.00											
Std -7	3.00											
Std -8	5.00											
Std -9	10.00											
Std -10	15.00											
Std -11	20.00											
Std 0 12	25.00	7.937	7.930	7.919	7.904	7.922	7.978	7.983	7.937	7.910	7.933	0.026

Pembuktian linearitas kurva kalibrasi sebagaimana Tabel 3 dapat dilakukan dengan *analysis of varian (anova)*. Anova dapat dihitung dengan menggunakan program excel sebagaimana ditampilkan, di bawah ini:

---

*SUMMARY OUTPUT*

---

*Regression Statistics*

---

---

*ANOVA*

---

<i>Multiple R</i>	0,999991171
<i>R Square</i>	0,999982342
<i>Adjusted R Square</i>	0,999980577
<i>Standard Error</i>	0,012096946
<i>Observations</i>	12

	<i>df</i>	<i>SS</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>Significance F</i>
<i>Regression</i>	1	82,87311528	82,87311528	566320,3953	4,2243E-25
<i>Residual</i>	10	0,001463361	0,000146336		
<i>Total</i>	11	82,87457864			

	<i>Coefficients</i>	<i>Standard Error</i>	<i>t Stat</i>	<i>P-value</i>
<i>Intercept</i>	0,002018404	0,004546312	0,443965039	0,666520446
<i>X Variable 1</i>	0,317799555	0,000422301	752,5426203	4,2243E-25

Jika hasil perhitungan Anova memberikan nilai koefisien regresi linear yang diungkapkan sebagai *Multiple R*  $\geq 0,995$  dan nilai *p-value* yang dinyatakan sebagai *Significance F*  $\leq 0,05$  maka garis yang terbentuk merupakan garis regresi linear. Sehubungan dengan kadar deret larutan kerja HCl dengan area sebagai respon instrumen IC menghasilkan nilai *Multiple R* = 0,99999 dan nilai *Significance F* =  $4,2243 \cdot 10^{-25}$ , maka dapat disimpulkan bahwa garis yang terbentuk merupakan garis regresi linear.

Berdasarkan data dalam Tabel 3 tersebut diatas, uji-F digunakan untuk membandingkan dua simpangan baku sesuai persamaan. Dengan membandingkan kedua simpangan baku data hasil pengulangan pengujian, maka presisi dapat diketahui hampir sama atau beda nyata.

F

$F_{hitung}$  = hasil uji F berdasarkan perhitungan

$sd_1$  = simpangan baku yang memiliki nilai lebih besar

$sd_2$  = simpangan baku yang memiliki nilai lebih kecil

Hasil perhitungan  $F_{hitung}$  dibandingkan dengan nilai kritis dari tabel F ( $F_{tabel}$ ). Untuk mendapat nilai kritis dari tabel F maka derajat kebebasan untuk kedua simpangan baku  $sd_1$  dan  $sd_2$  didasarkan kepada:

$$df_1 = n_1 - 1 \quad \text{dan} \quad df_2 = n_2 - 1$$

dimana

$df_1$  = derajat kebebasan pengujian pertama

$df_2$  = derajat kebebasan pengujian kedua

$n_1$  = jumlah pengulangan pengujian pertama

$n_2$  = jumlah pengulangan pengujian kedua

Jika  $F_{hitung} \leq F_{tabel}$  dengan tingkat

kepercayaan 99% ( $\alpha = 0,01$ ), maka dapat disimpulkan bahwa kedua data hasil pengujian memiliki presisi yang tidak beda nyata. Nilai  $F_{tabel}$  diperoleh dari tabel F untuk  $F_{(0,01; df1; df2)}$  atau  $F_{(0,01; n1-1; n2-1)}$ .

$$F_{hitung} = \frac{sd_1^2}{sd_2^2} = \frac{(0,026)^2}{(0,013)^2} = 4,359$$

df <sub>2</sub> /df <sub>1</sub>	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30	INF
3	29,457	28,710	28,237	27,911	27,672	27,489	27,345	27,229	26,872	26,690	26,505	26,125
4	16,694	15,977	15,522	15,207	14,976	14,799	14,659	14,546	14,198	14,020	13,838	13,463
5	12,060	11,392	10,967	10,672	10,456	10,289	10,158	10,051	9,722	9,553	9,379	9,020
6	9,780	9,148	8,746	8,466	8,260	8,102	7,976	7,874	7,559	7,396	7,229	6,880
7	8,451	7,847	7,460	7,191	6,993	6,840	6,719	6,620	6,314	6,155	5,992	5,650
8	7,591	7,006	6,632	6,371	6,178	6,029	5,911	5,814	5,515	5,359	5,198	4,859
9	6,992	6,422	6,057	5,802	5,613	5,467	5,357	5,257	4,962	4,808	4,649	4,311
10	6,552	5,994	5,636	5,386	5,200	5,057	4,942	4,849	4,558	4,405	4,247	3,909
11	6,217	5,668	5,316	5,069	4,886	4,744	4,632	4,539	4,251	4,099	3,941	3,602
15	5,417	4,893	4,556	4,318	4,142	4,004	3,895	3,805	3,522	3,372	3,214	2,868
20	4,938	4,431	4,103	3,871	3,699	3,564	3,457	3,368	3,088	2,938	2,778	2,421
30	4,510	4,018	3,699	3,473	3,304	3,173	3,067	2,979	2,700	2,549	2,386	2,006
F	3,782	3,319	3,017	2,802	2,639	2,511	2,407	2,321	2,039	1,878	1,696	1,000

Hasil penentuan LoL pada Tabel 3. menunjukkan bahwa 25 mg / L (129mg/Nm<sup>3</sup>) adalah batas linearitas pengujian HCl dengan kromatografi ion.

**SIMPULAN**

Berdasarkan verifikasi metode pengujian HCl dalam emisi gas buang sumber tidak bergerak menggunakan kromatografi ion, didapatkan hasil LoD<sub>(G)</sub> dan LoQ<sub>(G)</sub> adalah

Sehubungan dengan derajat kebebasan  $df_1=df_2= n - 1$  & tingkat kepercayaan 99% maka diperoleh  $F_{tabel} = F_{(0,01; 9; 9)} = 5,351$  (Tabel 4). Dari data perhitungan tersebut, maka diketahui bahwa  $F_{hitung} < F_{tabel}$ . Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa dengan tingkat kepercayaan 99% maka 0,02 – 25mg HCl/L merupakan regresi linear dan 25mg HCl/L merupakan LoL.

0,6 mg/Nm<sup>3</sup> dan 2,0 mg/Nm<sup>3</sup>, sedangkan LoL = 129 mg/Nm<sup>3</sup>. Jika hasil verifikasi metode pengujian tersebut dibandingkan dengan metode acuan yaitu JIS K 0107-1995 “Methods for Determination of Hydrogen Chloride in Flue Gas” yang memiliki rentang kerja 0,6 – 130 mg/Nm<sup>3</sup>, maka dapat disimpulkan bahwa metode terverifikasi sesuai tujuan dan laboratorium P3KLL mampu menunjukkan kompetensinya

dalam menerapkan metode pengujian HCl tersebut.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih pada tim sampling laboratorium udara dan pihak pemilik insenerator di Jakarta yang telah memberi ijin untuk melakukan pengukuran.

### DAFTAR PUSTAKA

1. DIONEX. Ion chromatography from basis to application. Dionex Ion Chromatography Seminar. Jakarta. 2010.
2. JIS. K 0107. Methods for determination of hydrogen chloride in flue gas. Tokyo. 1995.
3. EPA. Method 26. Determination of hydrogen chloride emissions from stationary sources. US Environmental Protection Agency. p. 865.
4. JIS. K 0105. Methods for determination of fluorine compounds in flue gas. Tokyo. 1998.
5. JIS. K 0085. Methods for determination of bromine in flue gas. Tokyo. 2000.
6. EPA. Method 7A. Determination of nitrogen oxide emissions from stationary sources ion chromatographic method. US. Environmental Protection Agency. p. 626.
7. ISO/DIS. 11632. Stationary source emissions - determination of sulphur dioxide-ion chromatographic method.: International Organization for Standards; 1996.
8. JIS. K0103. Methods for determination of sulphur oxides in flue gas. Tokyo: Japanese Standards Association; 2000.
9. Fosco T, Schmeling M. Determination of water-soluble atmospheric aerosols using ion chromatography Environmental monitoring and assessment. 2007;130(1):187-99.
10. SNI. 19-7117.8-2005 Cara uji kadar gas hidrogen klorida di udara emisi sumber tidak bergerak dengan metode merkuri tiosianat Jakarta 2005.
11. Hadi A. Verifikasi metode pengujian parameter kualitas lingkungan. Jakarta. 2009.
12. Nonomura M, Kurita K. Simultaneous determination of halogen compounds and sulfur oxides in flue gas by Ion Chromatography. Journal of Chemistry and Chemical Engineering. 2011;5(4).
13. ISO 8466-1:2008: Water quality - Calibration and evaluation of analytical methods and estimation of performance characteristics - Part 1: Statistical evaluation of the linear calibration function
14. APHA. Standard methods for the examination of water and wastewater, 22th edition. 2012. "1020 B: Quality Control". American Public Health Association. Washington DC USA

