

# VALIDASI METODE UJI SENYAWA *CYCLOHEXANE* DI UDARA LINGKUNGAN KERJA DENGAN BERBAGAI MODIFIKASI METODE SECARA *GAS CHROMATOGRAPHY MASS SPECTROMETRY*

**Mochamad Rodjulun Kaffah**  
Program Studi Teknik Lingkungan,  
Fakultas Teknik Universitas Satya Negara Indonesia  
Email : [kaffaliarodjul@gmail.com](mailto:kaffaliarodjul@gmail.com)

## Abstract

*Determination of the cyclohexane compound used refers to the National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH) method number 1500. Validation of the determination of cyclohexane in air samples of the work environment needs to be done due to modifications between them in different columns, glass columns 3.0 mx 2-mm , 20% SP-2100 on 80/100 mesh Supelcoport becomes Rtx-5MS column, the injector temperature difference, column temperature, detector temperature, and the test material used is cyclohexane pa to cyclohexane for gas chromatography, differences in measurements using FID detectors to spectrometer detectors mass. This experiment aims to ensure the performance of the cyclohexane determination method in the air sample of PT UP's work environment by gas chromatography mass spectrometry (GCMS) in accordance with the accepted method requirements set by PT. Unilab Prime. If all parameters meet the acceptance requirements, then this method can be used for routine analysis. Validation parameters carried out include linearity test, instrument detection limit (LDI), quantitation limit (LK), precision, accuracy, and strength of the method (robustness) using gas spectrometer mass chromatography. Based on the experimental results obtained by the value of the correlation coefficient linearity test (r) of 0.9998,% SBR for the precision test of 1.64%,% recovery obtained range of 89.26% - 105.35%. The instrument detection limit value is 0,0003mg / mL, the quantization limit is 0.0010mg / mL. Testing the strength parameters of the method (Robustness) produces cyclohexane concentrations in accordance with the accepted requirements of the working range of cyclohexane 0.5000mg / mL. Based on the test results obtained the performance of the cyclohexane determination method that has undergone modification in a sample of working air environment by gas chromatography mass spectrometry (GCMS) in accordance with the requirements set by the company so that it can be used for routine analysis in the PT Unilab Perdana environmental laboratory.*

*Keywords: Cyclohexane, Air work environment, Validation, Test method, Modification method*

## 1. Pendahuluan

Senyawa cyclohexane adalah senyawa yang memiliki karakteristik tidak berwarna, memiliki bau seperti benzena dengan tingkat toksisitas yang rendah. Cyclohexane adalah sikloalkana dengan rumus molekul C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>. Sikloheksana digunakan sebagai pelarut nonpolar pada industri kimia, dan juga merupakan bahan mentah dalam pembuatan asam adipat dan kaprolaktam, keduanya juga merupakan bahan produksi nilon. Dalam skala industri, sikloheksana dibuat dengan mereaksikan benzena dan hidrogen. Selain itu, karena senyawa ini memiliki ciri-ciri yang unik, sikloheksana juga digunakan dalam analisis di laboratorium. Sikloheksana memiliki bau seperti deterjen.

Uji coba parameter cyclohexane di udara lingkungan kerja mengacu pada metode standar National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH) nomor 1500. Metode ini telah mengalami modifikasi yaitu memakai kolom yang berbeda, kolom glass, 3,0m x 2-mm, 20% SP-2100 on 80/100 mesh Supelcoport menjadi kolom Rtx-5MS, perbedaan suhu injector, suhu kolom, dan perbedaan volume injeksi dan volume pelarut. Bahan uji yang digunakan ialah cyclohexane p.a menjadi cyclohexane for gas chromatography. Serta pengukuran menggunakan detektor FID menjadi detektor spektrometer massa. Perbedaan ini dikarenakan melihat pada kondisi bahan dan alat yang terdapat di perusahaan. Oleh karena itu, metode ini perlu divalidasi terlebih dahulu sebelum dilakukannya analisis rutin agar data yang didapat bersifat valid.

Validasi dilakukan salah satunya jika terjadi modifikasi terhadap metode baku yang diadopsi karena kepentingan tertentu untuk mengetahui kehandalan dari metode yang telah dimodifikasi tersebut. Validasi metode terdiri atas tiga tahap, yaitu tahap persiapan, pengujian, dan pengolahan data yang dilakukan dengan cara menguji beberapa parameter diantaranya linearitas, limit deteksi instrumen (LDI), limit kuantisasi (LK), presisi (repeatabilitas), akurasi (%recovery), dan kekuatan metode (robustness) dengan membandingkan volume injeksi.

Percobaan ini bertujuan untuk mendapatkan metode analisa yang lebih efisien dari metode penetapan cyclohexane di udara lingkungan kerja apabila memakai kondisi yang berbeda dengan metode baku. Lalu hasilnya akan dibandingkan dengan syarat keberterimaan yang ada di perusahaan. Sehingga hasil validasi dapat dijadikan sebagai acuan untuk analisis rutin yang ada pada laboratorium lingkungan hidup PT Unilab Perdana.

Tujuan Penelitian :

1. Mendapatkan metode analisa yang lebih efisien dan dapat diterima oleh perusahaan dan customer yang melakukan uji kualitas cyclohexane di udara lingkungan kerja secara Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) sesuai dengan syarat metode yang diterima. Jika semua parameter telah memenuhi syarat, maka metode ini bisa digunakan untuk analisis rutin.
2. Efisiensi penggunaan volume pelarut dalam proses analisa agar mengurangi limbah yang terbuang ke lingkungan.

## **2. Metode penelitian**

Jenis Penelitian ;

Penelitian ini dilakukan untuk mendapatkan metode penetapan cyclohexane dalam contoh udara lingkungan kerja secara Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) sesuai dengan syarat yang ditetapkan. Jika semua parameter telah memenuhi syarat, maka metode ini bisa digunakan untuk analisis.

Pengumpulan data;

Hasil validasi yang dilakukan meliputi uji linieritas, limit deteksi instrumen (LDI), limit kuantisasi (LK), presisi, akurasi (%recovery) dan robustness. dibandingkan dengan syarat keberterimaan yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Penetapan kriteria standar yang diterima dalam validasi cyclohexane

| No. | Parameter                        | Standar Keberterimaan                         |
|-----|----------------------------------|---|
| 1.  | Linieritas                       | $r : > 0,995$                                 |
| 2.  | Akurasi                          | % <i>Recovery</i> (80-120)%                   |
| 3.  | Presisi                          | %SBR $\leq 2/3$ CV Horwitz                    |
| 4.  | LDI                              | Respon Positif                                |
| 5.  | LK                               | RSD < HORWITZ<br>% <i>Recovery</i> = 80%-120% |
| 6.  | Rentang kerja <i>cyclohexane</i> | 0,5000 mg/mL                                  |

### 3. Hasil dan pembahasan

#### 3.1 Pengambilan Sampel

Air sampler yang telah dihubungkan dengan pompa hisap dinyalakan, selanjutnya pengaturan kecepatan aliran udara dilakukan hingga 0,2 L/menit. Peralatan pengambil sampel diletakkan di titik pengambilan sampel. Air sampler dinyalakan, kemudian kedua ujung tabung solid sorbent tube dipotong dan dipasang pada ujung selang silikon sesuai arah udara yang dihisap. Volume udara sampel diatur dengan laju alir 0,2L/menit dan lama pengambilan sampel selama 40 menit. Sampler charcoal diambil dan kedua ujungnya ditutup kembali dengan penutupnya untuk menghindari penguapan.

#### 3.2 Pengujian Sampel

##### a. Linieritas

Larutan deret standar yang sudah dibuat kemudian dimasukkan ke dalam vial 2ml untuk diukur linieritasnya dengan alat GC-MS yang sebelumnya sudah dilakukan pengkondisian. Larutan blanko dan larutan standar diinjeksikan sebanyak 1 $\mu$ L ke dalam GC-MS. Pembuatan kurva linieritas dilakukan dengan cara menghubungkan luas area dari deret standar yang telah diukur, kemudian dilakukan pengolahan data secara statistik.

##### b. Limit Deteksi Instrumen (LDI)

Standar cyclohexane diencerkan hingga diperoleh respon positif pembacaan standar terkecil oleh alat. Standar terkecil yang terbaca oleh alat dipipet 1 mL ke dalam vial, lalu seluruh vial ditutup dengan penutup dari bahan politetrafluoroetilen. Pembacaan dilakukan sebanyak sepuluh kali dengan menggunakan alat GC-MS.

##### c. Limit Kuantitasi (LK)

Standar cyclohexane diencerkan hingga diperoleh respon positif pembacaan standar terkecil oleh alat. Standar terkecil yang terbaca oleh alat dipipet 1,4 mL ke dalam vial 2mL lalu ditambahkan 0,1mL standar yang telah diketahui konsentrasinya lalu tutup rapat semua vial dengan penutup dari bahan politetrafluoroetilen.

**d. Presisi**

Tabung solid sorbent tube yang berisi sampel, kedua ujungnya dipotong kemudian arang aktif sampel masing-masing dimasukkan ke dalam vial, setelah itu ditambahkan 1,5mL larutan CS<sub>2</sub> pada setiap vial. Vial semuanya ditutup rapat dengan penutup dari bahan politetrafloroetilen kemudian dihomogenkan. Larutan blanko dan larutan sampel diinjeksikan sebanyak 1 $\mu$ L kedalam GC-MS. Luas area yang dihasilkan dicatat. Penelitian dilakukan sebanyak sepuluh kali.

**e. Akurasi**

Tabung solid sorbent tube yang berisi sampel, kedua ujungnya dipotong kemudian arang aktif sampel masing-masing dimasukkan ke dalam vial, setelah itu ditambahkan 1,5mL larutan CS<sub>2</sub> pada setiap vial. Vial semuanya ditutup rapat dengan penutup dari bahan politetrafloroetilen kemudian dihomogenkan. Larutan blanko dan larutan sampel diinjeksikan sebanyak 1 $\mu$ L ke dalam GC-MS. Luas area yang dihasilkan dicatat. Penelitian dilakukan sebanyak sepuluh kali.

Tabung solid sorbent tube yang berisi sampel, kedua ujungnya dipotong kemudian arang aktif sampel masing-masing dimasukkan ke dalam vial, setelah itu ditambahkan 1,4mL larutan CS<sub>2</sub> pada setiap vial dan ditambahkan 0,1mL standar dengan konsentrasi 0,0010mg/mL, lalu seluruh vial ditutup dengan penutup dari bahan politetrafloroetilen kemudian dihomogenkan. Larutan blanko dan larutan sampel diinjeksikan sebanyak 1 $\mu$ L kedalam GC-MS. Luas area yang dihasilkan dicatat sebagai konsentrasi sampel ditambah standar. Penelitian dilakukan sebanyak sepuluh kali.

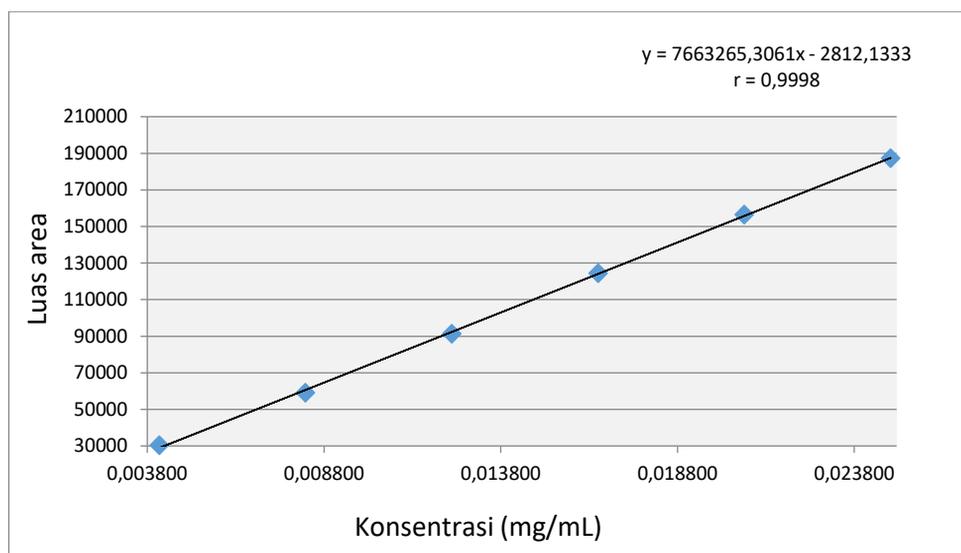
**f. Robustness**

Tabung solid sorbent tube yang berisi sampel, kedua ujungnya dipotong kemudian arang aktif sampel masing-masing dimasukkan ke dalam vial, setelah itu ditambahkan 1,5mL larutan CS<sub>2</sub> pada setiap vial. Vial semuanya ditutup rapat dengan penutup dari bahan politetrafloroetilen kemudian dihomogenkan. Larutan blanko dan larutan sampel diinjeksikan sebanyak 1 $\mu$ L kedalam GC-MS. Luas area yang dihasilkan dicatat. Penelitian dilakukan sebanyak sepuluh kali.

Tabung solid sorbent tube yang berisi sampel, kedua ujungnya dipotong kemudian arang aktif sampel masing-masing dimasukkan ke dalam vial, setelah itu dilakukan sedikit modifikasi metode yaitu ditambahkan 1mL larutan CS<sub>2</sub> pada setiap vial. Vial semuanya ditutup rapat dengan penutup dari bahan politetrafloroetilen kemudian dihomogenkan. Larutan blanko dan larutan sampel diinjeksikan sebanyak 1 $\mu$ L kedalam GC-MS. Luas area yang dihasilkan dicatat. Penelitian dilakukan sebanyak sepuluh kali.

**3.3 Hasil Penelitian****a. Linieritas**

Uji linieritas suatu metode analisis digunakan untuk membuktikan adanya hubungan linier antara konsentrasi dengan luas area. Grafik linieritas antara konsentrasi dengan luas area dari hasil uji dapat dilihat pada Gambar 1 berikut.



Gambar 1. Grafik Hubungan Konsentrasi *cyclohexane* dengan Luas Area

Berdasarkan hasil percobaan diperoleh koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9998. Nilai  $r$  tersebut menunjukkan hubungan linier yang proporsional antara konsentrasi dengan luas area pada rentang 0,0038 sampai dengan 0,0238. Hasil tersebut telah sesuai dan memenuhi syarat keberterimaan perusahaan yaitu harus  $r > 0,995$ . Nilai intersep yang didapat sebesar -2812,1333. Nilai intersep negatif karena reduksi konsentrasi dari deret standar yang dibuat.

Untuk mencegah dan mengurangi adanya respon-respon negatif, maka diperlukan pengkondisian *GCMS* sebelum digunakan. Biasanya dilakukan *tuning* yaitu pengecekan ada atau tidak adanya kebocoran pada *GCMS* dengan persyaratan detektor  $< 2,00$  kV dan menghasilkan *baset peak* 69, peak hal menunjukkan bahwa fragmen yang paling melimpah dinyatakan mempunyai kelimpahan relatif dan disebut *base peak* sedangkan kelimpahan fragmen-fragmen yang lain dinyatakan relatif terhadap *base peak*.

#### **b. Limit Deteksi Instrumen**

Uji limit deteksi instrumen dilakukan untuk melihat konsentrasi analit terkecil yang masih dapat memberikan respon positif pada instrumen setelah melalui serangkaian proses di dalam metode tersebut. Hasil pengujian limit deteksi instrumen dapat dilihat pada Tabel 2.

Limit deteksi instrumen dapat dilakukan dengan penentuan nilai standar deviasi dari sampel yang mengandung analit target pada level konsentrasi yang rendah dengan sepuluh kali ulangan. Tabel 2 menunjukkan bahwa nilai limit deteksi instrumen sebesar 0,0003mg/mL. Hal ini menginformasikan bahwa pengukuran dibawah 0,0003mg/mL merupakan *noise* alat atau kesalahan matriks sampel.

Tabel 2. Hasil Pengujian Limit Deteksi Instrumen

| Ulangan        | Luas Area | Konsentrasi (mg/mL) |
|----------------|-----------|---------------------|
| 1              | 30793     | 0,0044              |
| 2              | 31270     | 0,0044              |
| 3              | 30672     | 0,0044              |
| 4              | 31424     | 0,0045              |
| 5              | 31355     | 0,0044              |
| 6              | 31827     | 0,0045              |
| 7              | 31546     | 0,0045              |
| 8              | 31886     | 0,0045              |
|                | 29952     | 0,0043              |
| 10             | 32039     | 0,0045              |
| Rata-rata      |           | 0,0044              |
| Simpangan baku |           | 0,0001              |
| LDI            |           | 0,0003              |

### c. Limit Kuantitasi

Limit kuantitasi dilakukan untuk melihat kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria akurasi dan presisi. Hasil pengujian limit kuantitasi dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil Pengujian Limit Kuantitasi

| Ulangan          | Luas Area | Konsentrasi (mg/mL) | Luas Area Sampel+Standar | Konsentrasi sampel + standar (mg/mL) | %Recovery |
|------------------|-----------|---------------------|--------------------------|--------------------------------------|-----------|
| 1                | 30793     | 0,0044              | 36640                    | 0,0051                               | 93,05     |
| 2                | 31270     | 0,0044              | 36895                    | 0,0052                               | 89,51     |
| 3                | 30672     | 0,0044              | 36662                    | 0,0052                               | 95,32     |
| 4                | 31424     | 0,0045              | 36660                    | 0,0052                               | 83,32     |
| 5                | 31355     | 0,0045              | 36677                    | 0,0052                               | 84,69     |
| 6                | 31827     | 0,0045              | 37233                    | 0,0052                               | 86,03     |
| 7                | 31546     | 0,0045              | 36764                    | 0,0052                               | 83,04     |
| 8                | 31886     | 0,0045              | 37272                    | 0,0052                               | 85,71     |
| 9                | 29952     | 0,0043              | 35284                    | 0,005                                | 84,85     |
| 10               | 32039     | 0,0045              | 37590                    | 0,0053                               | 88,34     |
| Rata-rata        |           | 0,0044              |                          |                                      |           |
| Simpangan baku   |           | 0,0001              |                          |                                      |           |
| Limit kuantitasi |           | 0,0010              |                          |                                      |           |
| SBR              |           | 0,0189              |                          |                                      |           |
| Horwitz          |           | 12,7808             |                          |                                      |           |

Limit kuantitasi yang didapatkan dari pengujian sebesar 0,0010mg/mL. Data ini menunjukkan bahwa pengukuran dibawah 0,0010mg/mL akan memiliki ketidakpercayaan yang tinggi sehingga disarankan pengukuran sampel harus di atas 0,0010mg/mL.

#### d. Presisi

Presisi didefinisikan sebagai kedekatan nilai hasil pengukuran yang diperoleh dari pengukuran obyek yang sama yang dilakukan berulang-ulang pada kondisi yang ditentukan. Uji presisi yang dilakukan merupakan uji presisi repetibilitas. Hasil uji presisi dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil Pengujian Presisi

| Luas Area Hasil      | Konsentrasi (mg/mL)           |
|----------------------|-------------------------------|
| 88979                | 0,0120                        |
| 87135                | 0,0117                        |
| 91518                | 0,0123                        |
| 91784                | 0,0123                        |
| 91793                | 0,0123                        |
| 91935                | 0,0124                        |
| 91112                | 0,0122                        |
| 91461                | 0,0123                        |
| 91191                | 0,0123                        |
| 91145                | 0,0123                        |
| Rata-rata            | 0,0122                        |
| Simpangan baku       | 0,0002                        |
| % SBR                | 1,64                          |
| 2/3 %CV Horwitz      | 7,32                          |
| Syarat Keberterimaan | %SBR $\leq$ 2/3 CV<br>Horwitz |

Evaluasi yang dilakukan pada sebaran data persen simpangan baku relatif menunjukkan nilai %SBR yaitu 1,64%. Ketelitian yang telah ditetapkan dengan pengulangan pengukuran larutan standar oleh analis yang sama pada kondisi sama dan waktu yang sama menunjukkan kestabilan yang bervariasi dan diperoleh nilai %SBR pada pengujian dalam rentang  $1\% < SBR \leq 2\%$ , sehingga tingkat ketelitiannya adalah teliti. Repetibilitas dari hasil analisis menunjukkan nilai simpangan baku relatif yang memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh laboratorium lingkungan hidup di PT Unilab Perdana yaitu lebih kecil dari  $2/3 CV Horwitz$ . Perbedaan hasil yang didapatkan dari ulangan ke-1 sampai ulangan ke-10, menunjukkan besar dan kecilnya galat acak yang terjadi. Sumber-sumber galat ini meliputi peralatan volumetrik yang digunakan dan jenis sampel. Kesalahan tersebut mengakibatkan terjadinya ketidakstabilan sampel, sehingga konsentrasi yang terukur oleh alat ada yang lebih tinggi atau lebih rendah dari konsentrasi sebenarnya.

#### e. Akurasi

Akurasi didefinisikan sebagai kedekatan nilai hasil pengukuran dengan nilai yang sebenarnya. Nilai akurasi dinyatakan sebagai persen *recovery*. Hasil akurasi dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Hasil Pengujian Akurasi

| Ulangan | Luas Area | Konsentrasi Sampel (mg) | Luas Area Sampel+Standar | Konsentrasi sampel + standar (mg/mL) | Konsentrasi std yang ditambahkan (mg/mL) | % Recovery |
|---------|-----------|-------------------------|--------------------------|--------------------------------------|--|------------|
| 1       | 91740     | 0,0123                  | 98868                    | 0,0133                               | 0,0010                                   | 93,02      |
| 2       | 91133     | 0,0123                  | 98988                    | 0,0133                               | 0,0010                                   | 102,50     |
| 3       | 92204     | 0,0124                  | 99961                    | 0,0134                               | 0,0010                                   | 101,22     |
| 4       | 90922     | 0,0122                  | 98710                    | 0,0132                               | 0,0010                                   | 101,63     |
| 5       | 91611     | 0,0123                  | 98879                    | 0,0133                               | 0,0010                                   | 94,84      |
| 6       | 93300     | 0,0125                  | 101283                   | 0,0136                               | 0,0010                                   | 104,17     |
| 7       | 92489     | 0,0124                  | 100562                   | 0,0135                               | 0,0010                                   | 105,35     |
| 8       | 92659     | 0,0124                  | 99499                    | 0,0134                               | 0,0010                                   | 89,26      |

|                      |       |        |        |        |        |                |
|----------------------|-------|--------|--------|--------|--------|----------------|
| 9                    | 92833 | 0,0125 | 100057 | 0,0134 | 0,0010 | 94,27          |
| 10                   | 93052 | 0,0125 | 100641 | 0,0135 | 0,0010 | 99,03          |
| Rentang              |       |        |        |        |        | 89,26%-105,35% |
| Syarat keberterimaan |       |        |        |        |        | 80%-120%       |

Tabel 5 menunjukkan bahwa nilai persentase perolehan kembali yang dihasilkan dari penetapan akurasi pada setiap ulangan menunjukkan tingkat keakurasian yang tinggi dan sudah memenuhi persyaratan yaitu berada dalam rentang % *recovery* 80 – 120%.

Hasil akurasi tergantung kepada sebaran galat sistematis yang terdapat dalam contoh uji dan dilakukan sesuai dengan metode yang ditetapkan. Berdasarkan percobaan yang dilakukan, nilai % *recovery* pada hasil pengujian memiliki nilai yang bervariasi. Hasil yang didapatkan ada yang kurang dari 100% bahkan ada yang lebih dari 100%. Hal ini disebabkan oleh pengaruh pengukuran yang bias karena proses pengukuran pada uji parameter akurasi ini dilakukan secara teratur dan konstan sebanyak sepuluh kali ulangan, sehingga alat *GCMS* ini memiliki nilai galat tersendiri pada proses pembacaannya.

#### f. *Robustness*

Kekuatan suatu metode perlu dibuat perubahan metodologi yang kecil dan terus menerus, serta mengevaluasi respon analitik. Sebagai contoh dalam percobaan ini adalah perubahan yang dibutuhkan untuk menunjukkan kekuatan prosedur *GCMS*. Uji kekuatan metode ini dengan cara melakukan perbedaan perlakuan pada penambahan volume pelarut. Pada semua parameter, volume pelarut yang ditambahkan ialah 1,5 mL. Perbedaan yang akan dilakukan pada uji ini ialah dengan menambahkan volume pelarut sebanyak 1 mL kedalam sampel uji.

Tabel 6. Hasil Uji *Robustness* dengan Perubahan Volume Pelarut

| <i>ROBUSTNESS</i>           | KONDISI 1           | KONDISI 2           |
|-----------------------------|---------------------|---------------------|
| Volume CS <sub>2</sub> (mL) | 1,5                 | 1                   |
| Ulangan Ke-                 | Konsentrasi (mg/mL) | Konsentrasi (mg/mL) |
| 1                           | 0,012               | 0,0118              |
| 2                           | 0,0118              | 0,012               |
| 3                           | 0,0123              | 0,0124              |
| 4                           | 0,0123              | 0,0121              |
| 5                           | 0,0123              | 0,0119              |
| 6                           | 0,0124              | 0,0119              |
| 7                           | 0,0122              | 0,012               |
| 8                           | 0,0123              | 0,0121              |
| 9                           | 0,0123              | 0,0124              |
| 10                          | 0,0123              | 0,012               |
| Rata-rata                   | 0,0122              | 0,0121              |
| Simpangan Baku              | 0,0002              | 0,0002              |

Uji F yang dilakukan pada nilai simpangan baku bertujuan untuk menguji adanya perbedaan simpangan baku pada kondisi 1 dan 2. Berdasarkan perhitungan, didapatkan nilai F hitung sebesar 0,8974, selanjutnya nilai ini dibandingkan dengan nilai F tabel pada selang kepercayaan 95% yaitu sebesar 3,18. Diperoleh data bahwa nilai F hitung < F tabel, maka dapat disimpulkan bahwa simpangan baku pada kondisi 1 dan kondisi 2 tidak berbeda nyata.

Uji t dilakukan untuk menentukan bahwa pengukuran yang dilakukan pada kondisi berbeda memiliki hasil rata-rata konsentrasi yang berbeda nyata atau tidak. Berdasarkan perhitungan, didapatkan nilai t hitung sebesar 0,0807 dan nilai t tabel pada selang kepercayaan 95% dengan metode *one tail test* sebesar 1,860. Diperoleh data bahwa nilai t hitung < t tabel, maka dapat disimpulkan bahwa rata-rata hasil pengukuran yang dilakukan pada kondisi 1 sama dengan rata-rata hasil pengukuran pada kondisi 2 atau tidak berbeda nyata.

#### **g. Keuntungan Metode Baru**

Dari hasil penelitian, dapat diketahui bahwa semua persyaratan metode yang diterima telah memenuhi dari setiap parameternya. Maka dari itu, metode sudah dapat digunakan untuk analisa *cyclohexane* di udara lingkungan kerja. Metode baru ini memiliki beberapa keuntungan dari segi lingkungan maupun dari segi ekonomi. Keuntungan metode baru dalam segi lingkungan salah satunya ialah mengurangi jumlah penggunaan pelarut untuk analisa sehingga limbah yang terbuang ke lingkungan otomatis berkurang. Dan keuntungan lainnya tentu setiap laboratorium bisa menganalisa senyawa *cyclohexane* di udara lingkungan kerja tanpa harus mengikuti standar baku primer yang ditetapkan oleh standar metode NIOSH 1500.

Keuntungan metode baru dalam segi ekonomi tentunya berkaitan dengan penggunaan pelarut juga. Karena pelarut yang digunakan lebih sedikit namun memiliki tingkat efisiensi yang akurat, sehingga biaya yang dikeluarkan untuk pembelian pelarut semakin berkurang. Bukan hanya itu, bagi yang ingin menganalisa senyawa *cyclohexane* di udara lingkungan kerja, bisa dengan alat dan bahan yang lebih sederhana dibandingkan dengan standar NIOSH 1500.

## **4. KESIMPULAN DAN SARAN.**

### **4.1 Kesimpulan**

1. Berdasarkan hasil penelitian dilaboratorium menunjukkan bahwa validasi metode penetapan senyawa dari *cyclohexane* dalam contoh udara lingkungan kerja secara *Gas Chromatography Mass Spectrometry* terhadap parameter uji linieritas, presisi, akurasi, limit deteksi instrumen (LDI), limit kuantitasi (LK), dan kekuatan metode (*robustness*), metode yang diteliti telah valid dan dapat digunakan untuk analisis rutin di laboratorium lingkungan hidup PT Unilab Perdana.
2. Dengan tervalidasinya metode ini, maka bisa menjadi acuan laboratorium untuk menganalisa senyawa *cyclohexane* di udara lingkungan kerja tanpa harus mengikuti sepenuhnya metode yang ditetapkan oleh standar NIOSH 1500.
3. Dan dengan adanya penelitian metode uji yang baru ini, pelarut yang digunakan lebih efisien dibanding dengan NIOSH 1500 sehingga dapat mengurangi penggunaan limbah yang terbuang ke lingkungan.

### **4.2 Saran**

1. Penelitian ini seharusnya dilakukan dalam satu hari. Jika ada salah satu parameter yang tidak masuk kedalam syarat metode yang diterima, maka metode tersebut dinyatakan tidak valid. Maka dari itu harus dilakukan modifikasi metode kembali hingga semua parameter masuk persyaratan.
2. Penelitian selanjutnya dapat dilakukan pada validasi metode uji senyawa metil-sikloheksana. Karena senyawa tersebut masih memiliki keterkaitan dengan sikloheksana dan memiliki tingkat bahaya sama.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anwar, H. 2014. *Info Laboratorium Lingkungan*. Pustaka Belajar. Yogyakarta.
- Astuti, J., & Maman S. 2002. *Peranan Validasi Metode dalam Menghasilkan Data Uji yang Baik*. Warta AKAB 14: 43-47
- Badan Standardisasi Nasional. SNI 06-6989.12-2004. *Penetapan Validasi Metode Uji*. Jakarta.
- Dwi, P. H., & Tutik, D. W. 1997. *Analisis Senyawa Berisomer Dengan Alat Gabungan Kromatografi Gas-Spektrometer Massa*. Laporan Penelitian. Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam. Lembaga Penelitian UGM Departemen Pendidikan Dan Kebudayaan
- Dyah, S. 2011. *Validasi Metode Analisis Kimia Bagian I*. Warta Kimia Analitik No. 19 tahun 2011. Banten.
- Fitria, L. 2008. *Kualitas Udara Dalam Ruang Perpustakaan Universitas "X" Ditinjau Dari Kualitas Biologi, Fisik, Dan Kimiawi*. Makara, Kesehatan, Vol. 12, No. 2, Desember 2008: 76-82 Departemen Kesehatan Lingkungan, Fakultas Kesehatan Masyarakat, Universitas Indonesia, Depok 16424, Indonesia.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode Analisis dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian I (3) : 117 – 135. Departemen Farmasi FMIPA-UI. Jakarta
- Imamkhasani, S. 2007. *Keselamatan dan Kesehatan Kerja dalam Laboratorium Kimia*. Binalab. Bandung.
- Muhson, Ali. 2006. *Teknik Analisis Data Kuantitatif*. Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta.
- Mulja, M., & Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Airlangga University Press. Surabaya
- National Association Of Testing Authorities. 2012. *Guidelines for the Validation and Verification of Quantitative and Qualitative Test Methods*. Act, Australia.
- Onigbinde, T.A., & Wu, A.H.B., 1992, *Full Scan Gas Chromatography-Mass Spectrometry Analysis With An Ion Trap For Drug Testing In Urine*, American Assosiation For Clinical Chemistry, Inc., 13, 7, 9-20.
- Riyadi, W. 2009. *Validasi Metode Analisis*. 24-03-2009. Jakarta
- Sumardi. 2002. *Validasi Metode Pengujian*. Pusat Standarisasi dan Akreditasi Sekretariat Jendral Departemen Pertanian. Bandung.
- Wiryanan, A. 2011. *Instrumentasi Kromatografi Gas*. Departemen Pendidikan Nasional. Malang.
- Zulfikar. 2010. *Ilmu Kimia untuk Universitas*. Erlangga. Jakarta.