



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS TIMBAL, KADMIUM, DAN TEMBAGA
DALAM HATI AYAM KAMPUNG DAN BROILER
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

DIRA AZTIANI

0606070655

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

DEPARTEMEN FARMASI

DEPOK

JULI 2010



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS TIMBAL, KADMIUM, DAN TEMBAGA
DALAM HATI AYAM KAMPUNG DAN BROILER
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Farmasi**

**DIRA AZTIANI
0606070655**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN
ILMU PENGETAHUAN ALAM
DEPARTEMEN FARMASI
DEPOK
JULI 2010**

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk
telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Dira Aztiani

NPM : 0606070655

Tanda Tangan :

Tanggal : Juli 2010

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Dira Aztiani
NPM : 0606070655
Program Studi : Farmasi
Judul Skripsi : Analisis Timbal, Kadmium, dan Tembaga dalam Hati Ayam Kampung dan Broiler Secara Spektrofotometri Serapan Atom

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada program studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dra. Maryati Kurniadi, M.Si., Apt ()
Pembimbing II : Drs. Umar Mansur, M.Sc., Apt ()
Penguji I : Dr. Maksum Radji, M.Biomed ()
Penguji II : Dr. Arry Yanuar, M.Si ()
Penguji III : Dra. Rosmala Dewi, Apt ()

Ditetapkan di : Depok
Tanggal : Juli 2010

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penyusunan skripsi yang berjudul Analisis Timbal, Kadmium, dan Tembaga dalam Hati Ayam Kampung dan Broiler Secara Spektrofotometri Serapan Atom.

Dalam kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini, antara lain:

1. Ibu Dr. Yahdiana Harahap, MS, selaku Ketua Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
2. Ibu Dra. Maryati Kurniadi, Msi., Apt selaku pembimbing I yang telah memberikan banyak sekali bimbingan, bantuan, masukan, serta dukungan moril kepada penulis selama masa penelitian sampai selesai masa sidang. Jutaan rasa terima kasih penulis haturkan kepada Ibu.
3. Bapak Drs. Umar Mansur MSc., Apt selaku pembimbing II yang telah memberikan banyak sekali bimbingan, bantuan, serta masukan kepada penulis selama masa penelitian sampai selesai masa sidang. Jutaan rasa terima kasih penulis haturkan kepada Bapak.
4. Ibu Dra. Katrin B., MS, selaku Pembimbing Akademis.
5. Bapak Dr. Harmita yang telah meluangkan waktunya untuk berdiskusi dan memberi masukan kepada penulis mengenai masalah penelitian dan Ibu Santi Purna Sari, M.Si atas kesempatan yang diberikan serta seluruh dosen Departemen Farmasi FMIPA UI.
6. Ayah yang akan selamanya menjadi panutan penulis. Bunda yang tanpa henti memberikan doa, dukungan dan motivasi yang sangat bermakna bagi penulis bahkan pada masa-masa *kritis* penulis. Adik-adik penulis, Ifan dan Izha, yang selalu memberikan *jiwa* dan memadamkan kejenuhan ini. Semangat ini tidak

pernah mati, terdedikasikan penuh untuk kalian, keluarga yang sangat penulis sayangi.

7. Keluarga BEM FMIPA UI 2009 dan PengMas BEM FMIPA UI 2009. Teman-teman seperjuangan: Farmasi Reguler 2006 atas warna-warni kehidupan farmasi selama 4 tahun.
8. Seluruh pihak yang telah memberi dukungan yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu. Terima kasih banyak.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun sebagai proses penyempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak yang membutuhkan.

Penulis
2010

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI
KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Dira Aztiani
NPM : 0606070655
Program Studi : Farmasi
Departemen : Farmasi
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul:

Analisis Timbal, Kadmium, dan Tembaga dalam Hati Ayam Kampung dan Broiler Secara Spektrofotometri Serapan Atom.

beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : Juli 2010

Yang menyatakan

(Dira Aztiani)

vii

ABSTRAK

Nama : Dira Aztiani
Program studi : Farmasi
Judul : Analisis timbal, kadmium, dan tembaga dalam hati ayam kampung dan broiler secara spektrofotometri serapan atom

Cemaran timbal, kadmium, dan tembaga pada hati ayam akan menimbulkan masalah kesehatan bila melebihi batas yang ditentukan. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi dan menetapkan kandungan timbal, kadmium, dan tembaga dalam hati ayam kampung jantan dan betina serta hati ayam broiler jantan dan betina. Sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 48 jam kemudian didestruksi dengan HNO₃ 65% menggunakan metode analisis sistem tertutup dengan alat *microwave digestion system*. Larutan hasil destruksi dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom. Hasil penelitian menunjukkan adanya cemaran timbal, kadmium, dan tembaga pada seluruh sampel. Berdasarkan Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia, maksimum kadar cemaran timbal dan tembaga adalah 2,0 mg/kg dan 20,0 mg/kg dan berdasarkan FDA, maksimum kadar cemaran kadmium adalah 1,0 mg/kg. Kadar timbal, kadmium, dan tembaga dalam sampel (bobot basah) yang diteliti aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat.

Kata kunci : hati ayam, kadmium, SSA, tembaga, timbal
xiii+83 halaman : 12 gambar; 39 tabel; 9 lampiran
Daftar acuan : 31 (1976-2010)

ABSTRACT

Nama : Dira Aztiani
Program study : Pharmacy
Title : Analysis lead, cadmium, and copper in local and broiler chicken liver by atomic absorption spectrophotometry

Contamination of lead, cadmium and copper on chicken liver may cause health problems when exceeding specified limits. This study aims to identify and determine the contamination of lead, cadmium, and copper in male and hen-local chicken liver and male and hen-broiler chicken liver. Samples were dried in an oven at a temperature of 105°C during 48 hours. Then, disctructed with HNO₃ 65% by a closed system analysis method using microwave digestion system. After phase of destruction, it was analyzed by atomic absorption spectrophotometer. The contamination of lead, cadmium, and copper were detected on all samples. According to Directorate General of Drug and Food Control Ministry of Health of the Republic of Indonesia, the maximum contaminant levels of lead and copper is 2,0 mg/kg and 20,0 mg/kg and according to the FDA, the maximum contaminant levels of cadmium is 1,0 mg/kg. Levels of lead, cadmium, and copper in the sample (wet weight) are safe to consumed by the public.

Keywords : AAS, cadmium, chicken liver, copper, lead
xiii+83 pages : 12 figures; 39 tables; 9 appendices
Bibliography : 31 (1976-2010)

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS.....	vii
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang	1
1.2 Ruang lingkup.....	2
1.3 Metode penelitian.....	2
1.4 Tujuan penelitian	2
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA.....	3
2.1 Ayam broiler dan ayam kampung.....	3
2.2 Hati ayam sebagai organ akumulasi	4
2.3 Logam berat	5
2.4 Preparasi sampel	10
2.5 Spektrofotometri Serapan Atom	11
2.6 Validasi metode analisis	15
BAB 3 METODE PENELITIAN.....	18
3.1 Bahan	18
3.2 Alat	18
3.3 Cara kerja	18
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN.....	25
4.1 Pembuatan larutan standar	25
4.2 Validasi metode analisis	26
4.3 Penyiapan sampel.....	30
4.4 Penentuan kadar timbal, kadmium, dan tembaga dalam sampel....	31
BAB 5 KESIMPULAN	35
DAFTAR ACUAN.....	36

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
2.1 Diagram spektrofotometer serapan atom “telah diolah kembali”	13
3.1 Komponen bejana dalam <i>microwave digestion system</i>	39
4.1 Kurva kalibrasi standar timbal.....	39
4.2 Kurva kalibrasi standar kadmium.....	40
4.3 Kurva kalibrasi standar tembaga.....	40
4.4 Sampel hati ayam.....	41
4.5 <i>Microwave digestion system</i> (Milestone ethos 1).....	42
4.6 Larutan sampel hasil destruksi.....	42
4.7 Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300).....	43
4.8 Unit-unit SSA.....	44
4.9 Skema unit-unit SSA.....	45
4.10 Skema <i>hollow cathode lamp</i>	45

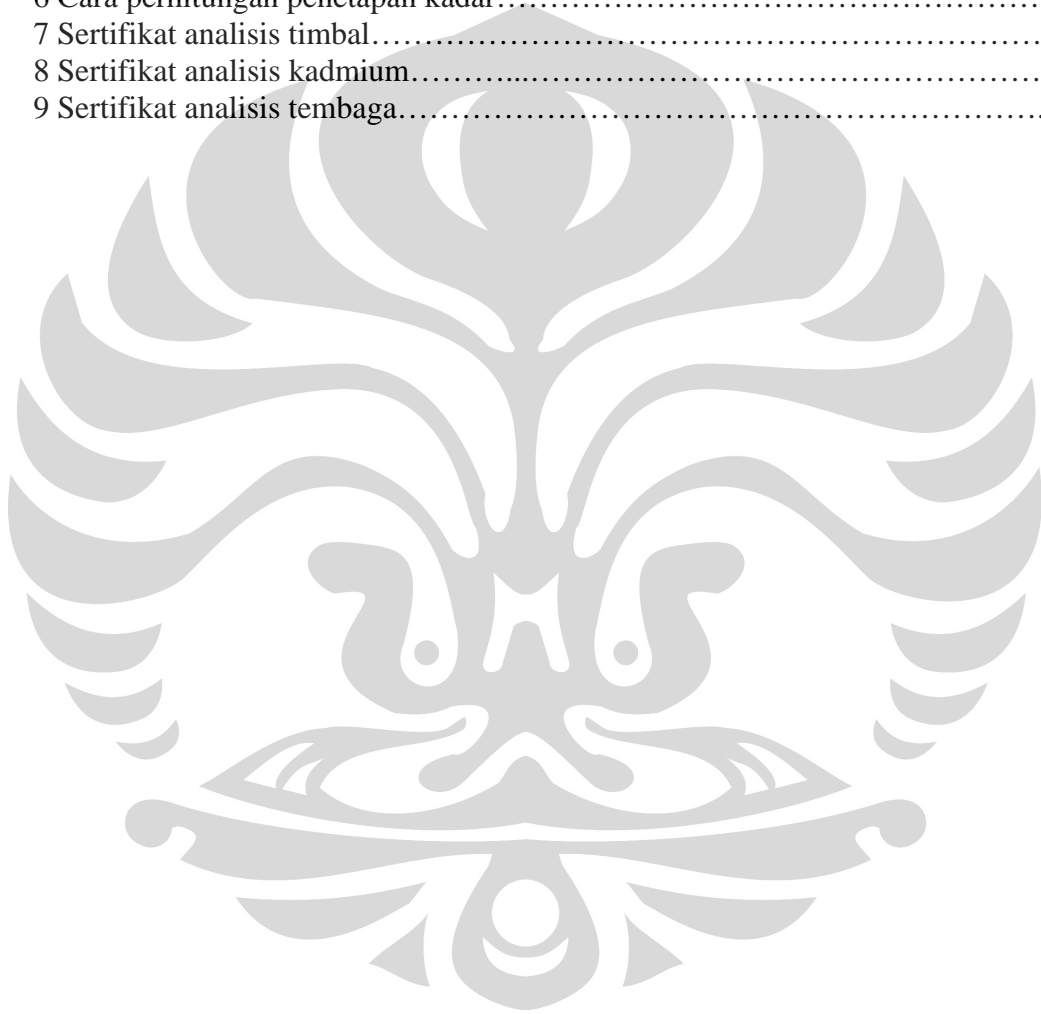


DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
2.1 Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks	46
3.1 <i>Microwave program</i>	47
3.2 Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk timbal.....	47
3.3 Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk kadmium.....	47
3.4 Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk tembaga.....	47
4.1 Data serapan timbal.....	48
4.2 Data serapan kadmium.....	48
4.3 Data serapan tembaga.....	49
4.4 Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) timbal.....	50
4.5 Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) kadmium.....	51
4.6 Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) tembaga.....	52
4.7 Hasil uji presisi timbal pada hati ayam broiler jantan.....	53
4.8 Hasil uji presisi timbal pada hati ayam broiler betina.....	53
4.9 Hasil uji presisi timbal pada hati ayam kampung jantan.....	54
4.10 Hasil uji presisi timbal pada hati ayam kampung betina.....	54
4.11 Hasil uji presisi kadmium pada hati ayam broiler jantan.....	55
4.12 Hasil uji presisi kadmium pada hati ayam broiler betina.....	55
4.13 Hasil uji presisi kadmium pada hati ayam kampung jantan.....	56
4.14 Hasil uji presisi kadmium pada hati ayam kampung betina.....	56
4.15 Hasil uji presisi tembaga pada hati ayam broiler jantan.....	57
4.16 Hasil uji presisi tembaga pada hati ayam broiler betina.....	57
4.17 Hasil uji presisi tembaga pada hati ayam kampung jantan.....	58
4.18 Hasil uji presisi tembaga pada hati ayam kampung betina.....	58
4.19 Hasil uji perolehan kembali timbal pada hati ayam broiler jantan.....	59
4.20 Hasil uji perolehan kembali timbal pada hati ayam broiler betina.....	60
4.21 Hasil uji perolehan kembali timbal pada hati ayam kampung jantan.....	61
4.22 Hasil uji perolehan kembali timbal pada hati ayam kampung betina.....	62
4.23 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada hati ayam broiler jantan.....	63
4.24 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada hati ayam broiler betina.....	64
4.25 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada hati ayam kampung jantan.....	65
4.26 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada hati ayam kampung betina.....	66
4.27 Hasil uji perolehan kembali tembaga pada hati ayam broiler jantan.....	67
4.28 Hasil uji perolehan kembali tembaga pada hati ayam broiler betina.....	68
4.29 Hasil uji perolehan kembali tembaga pada hati ayam kampung jantan.....	69
4.30 Hasil uji perolehan kembali tembaga pada hati ayam kampung betina.....	70
4.31 Hasil persentase susut pengeringan sampel.....	71
4.32 Hasil penentuan kadar timbal dalam hati ayam broiler dan ayam kampung.....	72
4.33 Hasil penentuan kadar kadmium dalam hati ayam broiler dan ayam kampung	73
4.34 Hasil penentuan kadar tembaga dalam hati ayam broiler dan ayam kampung	74

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1 Cara memperoleh persamaan garis linier.....	75
2 Cara perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi.....	76
3 Cara perhitungan simpangan baku dan koefisien variasi.....	77
4 Cara perhitungan uji perolehan kembali.....	78
5 Cara perhitungan persentase susut pengeringan.....	79
6 Cara perhitungan penetapan kadar.....	80
7 Sertifikat analisis timbal.....	81
8 Sertifikat analisis kadmium.....	82
9 Sertifikat analisis tembaga.....	83



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Salah satu produk makanan yang semakin tinggi permintaannya adalah ayam. Jenis ayam potong yang paling banyak beredar di pasaran adalah ayam broiler dan ayam kampung. Ayam broiler lebih digemari karena dagingnya yang lebih banyak dan empuk. Namun, belakangan ini konsumsi ayam broiler per kapita di seluruh dunia semakin berkurang. Hal ini disebabkan karena adanya kekhawatiran akan adanya residu antibiotik, hormon, maupun bahan kimia yang terdapat dalam ayam broiler (Yusdja, 1997). Oleh karena itu, ayam kampung dapat dijadikan alternatif untuk dikonsumsi.

Produk peternakan diharapkan memenuhi aspek persyaratan baik dalam aspek kualitas maupun kuantitas. Pangan hewani yang layak dikonsumsi harus memenuhi persyaratan keamanan pangan yaitu bebas dari kuman penyakit, residu antibiotik, residu logam berat dan bahan kimia lain yang membahayakan tubuh, aman, sehat, utuh, dan halal (Harlia, Kurnani, & Juanda, 2001; Harlia, Astuti, & Marlina, n.d.).

Unsur logam ditemukan diseluruh kehidupan organisme. Termasuk dalam tubuh ayam. Logam-logam tersebut memiliki peranannya masing-masing. Beberapa logam merupakan logam esensial seperti Co, Cr, Cu, Zn, Fe, Ni, dan Zn dan lainnya merupakan logam nonesensial seperti As, Cd, Hg, dan Pb (Surtipanti, Suwirma, Yumiarti, & Mellawati, n.d.). Mayoritas dari logam-logam diatas digolongkan ke dalam logam berat. Kelebihan asupan logam berat tersebut di dalam tubuh manusia memiliki banyak dampak negatif bagi kesehatan dan lingkungan. Banyak sekali penelitian yang tertarik untuk menganalisis logam pada makanan. Selain itu, kepedulian masyarakat akhir-akhir ini akan pentingnya keamanan pangan dirasakan semakin meningkat.

Logam berat yang biasanya terdapat dalam tubuh ayam adalah timbal dan kadmium (Darmono, 2001; Arifin, 1998). Sedangkan untuk tembaga sendiri

merupakan logam esensial yang memang terdapat dalam tubuh ayam. Keracunan logam berat pada hewan dapat terjadi melalui saluran pernapasan, injeksi, air minum maupun melalui pakan yang diberikan kepada ayam tersebut (Arifin, 1998; Darmono, 1995).

Berdasarkan beberapa penelitian, kandungan timbal, kadmium, dan tembaga yang cukup besar terdapat dalam hati ayam karena pada hati merupakan salah satu organ tempat metabolisme dan organ akumulator (Skalická, Koréneková, Nad, & Makóová, 2002; Corwin, 2001). Selain itu, hati ayam juga merupakan salah satu komoditi pangan yang digemari oleh masyarakat.

Metode analisis terpilih adalah dengan menggunakan alat spektrofotometri serapan atom. Keunggulan dari metode ini dibandingkan dengan metode spektrofotometer biasa adalah spesifik, batas deteksi yang rendah dari larutan yang sama bisa mengukur unsur-unsur yang berlainan, pengukurannya langsung terhadap contoh, *output* dapat langsung dibaca, dan batas kadar penentuannya luas (Setiyatwan, n.d.).

Berdasarkan uraian di atas, telah dilakukan penelitian untuk mengetahui kandungan timbal, kadmium dan tembaga dalam hati ayam kampung dan broiler.

1.2 Ruang lingkup

Ruang lingkup penelitian kali ini adalah kimia farmasi.

1.3 Metode penelitian

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode eksperimental laboratorium.

1.4 Tujuan penelitian

Mengidentifikasi dan menetapkan kadar cemaran timbal, kadmium dan tembaga dalam hati ayam kampung jantan dan betina serta hati ayam broiler jantan dan betina.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ayam broiler dan ayam kampung

Jenis Ayam potong yang paling dikenal oleh masyarakat adalah ayam broiler dan ayam kampung. Di antara berbagai jenis ayam potong, ayam broiler memang paling populer. Ayam broiler merupakan hasil rekayasa genetika dengan cara menyilangkan sanak saudara. Mula-mula sekelompok ayam dalam satu keluarga dikawinkan. Keturunannya dipilih yang tumbuh cepat. Di antara mereka disilangkan kembali. Keturunannya diseleksi lagi yang cepat tumbuh dan dikawinkan sesamanya. Demikian seterusnya hingga diperoleh ayam yang paling cepat tumbuh yang disebut broiler tadi. Ayam ini mampu membentuk 1 kg daging atau lebih hanya dalam waktu 30 hari (Yusdja, 1997).

Kekhawatiran orang akan adanya residu antibiotik, hormon, atau bahan kimia dalam tubuh ayam broiler tercermin dari semakin menurunnya konsumsi daging broiler per kapita di seluruh dunia. Sebaliknya, popularitas ayam kampung jadi meningkat. Karena, jenis ayam kampung dipercaya dipelihara secara alami. Ini tentu cocok bagi mereka yang ingin bergaya hidup alami dengan mengkonsumsi bahan pangan alami.

Ayam kampung merupakan ayam yang sudah mengalami proses domestikasi atau penjinakkan yang telah dilakukan oleh manusia sejak ribuan tahun yang lalu. Ayam-ayam tersebut mengalami seleksi alam dan menyebar atau bermigrasi bersama manusia kemudian dibudidayakan secara turun temurun sampai sekarang.

Diperkirakan ayam kampung merupakan keturunan dari ayam hutan merah dan ayam hutan hijau. Akibat proses budidaya dan perkawinan antarketurunan secara alam atau liar atau pengaruh lingkungan yang berbeda-beda maka terbentuklah berbagai macam tipe ayam dan beragam penampilan fisik dan varietas (Nuroso, 2010).

Biasanya ayam broiler dipanen setelah umurnya mencapai 45 hari. Bobot badan ayam usia itu 1,5 - 2,5 kg. Sedangkan, ayam buras yang digemari umumnya berumur 4 - 6 bulan dengan bobot karkas 0,7 - 1 kg (Yusdja, 1997).

2.2 Hati ayam sebagai organ akumulasi

Hati adalah kelenjar terbesar di dalam tubuh, yang berfungsi mensekresikan cairan empedu, secara metabolisme paling kompleks di dalam tubuh. Hati terlibat dalam metabolisme zat makanan serta sebagian besar toksikan (Harlia, Kurnani, & Juanda, 2001).

Hati terbungkus oleh sebuah kapsul fibroelastik yang disebut kapsul Glisson dan secara kasar dipisahkan menjadi lobus kiri dan kanan. Kapsul Glisson mengandung banyak pembuluh darah, pembuluh limfe, dan saraf. Kedua lobus hati tersusun oleh unit-unit yang lebih kecil yang disebut lobulus. Lobulus terdiri dari sel-sel hati, disebut hepatosit, yang menyatu dalam suatu lempeng-lempeng. Hepatosit dan jaringan hati mudah mengalami regenerasi (Corwin, 2001).

Hati melakukan banyak fungsi penting yang berbeda-beda dan tergantung pada sistem aliran darahnya yang unik dan sel-selnya yang sangat khusus. Beberapa fungsi hati, antara lain (Corwin, 2001):

- a. Metabolisme lemak
- b. Metabolisme glukosa
- c. Metabolisme protein
- d. Metabolisme obat dan toksin
- e. Tempat pembentukan faktor pembekuan darah
- f. Tempat penyimpanan vitamin dan mineral

Hati ayam sudah umum digunakan sebagai bahan makanan yang berkhasiat sebagai penambah darah dan banyak diolah untuk makanan bayi (Harlia, Kurnani, & Juanda, 2001). Banyaknya permintaan konsumen terhadap hati ayam tidak terlepas dari pengetahuan masyarakat tentang besarnya kandungan zat besi dan protein dalam hati, dan harganya terjangkau oleh masyarakat luas. Akan tetapi, akibat besarnya pencemaran terhadap lingkungan, sumber air, dan

udara secara tidak langsung mendorong kesadaran masyarakat untuk berpikir lebih kritis terhadap keamanan suatu produk.

2.3 Logam berat

Logam berasal dari kerak bumi yang mengandung bahan-bahan murni, organik, dan anorganik. Logam merupakan bahan pertama yang dikenal oleh manusia dan digunakan sebagai alat-alat yang berperanan penting dalam sejarah peradaban manusia (Darmono, 1995).

Berdasarkan densitasnya, golongan logam dapat dibagi atas dua golongan, yaitu golongan logam ringan dan logam berat. Logam berat adalah unsur yang mempunyai densitas lebih besar dari 5 g/cm^3 , dan mempunyai nomor atom 22 sampai 92 yang terletak pada periode III sampai VII dalam susunan berkala. Logam di dalam air, baik logam ringan maupun logam berat jarang sekali berbentuk atom sendiri, tetapi biasanya terikat oleh senyawa lain sehingga berbentuk sebuah molekul (Darmono, 1995; *Bahaya Logam*, 2008; Ganiswara, 1995).

Menurut Vouk (1986) terdapat 80 jenis dari 109 unsur kimia di muka bumi ini yang telah teridentifikasi sebagai jenis logam berat. Berdasarkan sudut pandang toksikologi, logam berat ini dapat dibagi dalam dua jenis. Jenis pertama adalah logam berat esensial, di mana keberadaannya dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh organisme hidup, namun dalam jumlah yang berlebihan dapat menimbulkan efek racun. Contoh logam berat ini adalah Zn, Cu, Fe, Co, Mn dan lain sebagainya. Sedangkan jenis kedua adalah logam berat tidak esensial atau beracun, dimana keberadaannya dalam tubuh masih belum diketahui manfaatnya atau bahkan dapat bersifat racun, seperti Hg, Cd, Pb, Cr dan lain-lain.

Sumber utama kontaminan logam berat sesungguhnya berasal dari udara dan air yang mencemari tanah. Selanjutnya semua tanaman yang tumbuh di atas tanah yang telah tercemar akan mengakumulasikan logam-logam tersebut pada semua bagian (akar, batang, daun dan buah). Ternak akan memakan logam-logam berat yang ada pada tanaman dan menumpuknya pada bagian-bagian dagingnya.

Secara garis besar, keracunan logam berat pada hewan dapat terjadi melalui saluran pernapasan, injeksi, air minum maupun melalui pakan yang diberikan kepada ayam tersebut (Arifin, 1998; Darmono, 1995). Selanjutnya manusia yang termasuk ke dalam kelompok omnivora (pemakan segalanya), akan tercemar logam tersebut dari empat sumber utama, yaitu udara yang dihirup saat bernapas, air minum, tanaman (sayuran dan buah-buahan), serta ternak (berupa daging, telur, dan susu) (*Bahaya logam*, 2008; Beckkett, Nordberg, & Clarkson, 1997).

Manusia senantiasa terpajan logam berat dalam lingkungan hidupnya. Di lingkungan yang kadar logam beratnya cukup tinggi, kontaminasi dalam makanan dan air dapat menyebabkan keracunan (Ganiswara, 1995). Logam berat umumnya bersifat racun terhadap makhluk hidup, walaupun beberapa diantaranya diperlukan dalam jumlah kecil. Melalui berbagai perantara, seperti udara, makanan, maupun air yang terkontaminasi oleh logam berat (Darmono, 2001). Logam berat tidak mengalami metabolisme, tetap berada dalam tubuh dan menyebabkan efek toksik dengan cara bergabung dengan suatu atau beberapa gugus ligan yang esensial bagi fungsi fisiologis normal. Logam tersebut dapat terdistribusi ke bagian tubuh manusia dan sebagian akan terakumulasi. Jika keadaan ini berlangsung terus menerus, dalam jangka waktu lama dapat mencapai jumlah yang membahayakan kesehatan manusia (Ganiswara, 1995).

Toksisitas logam pada manusia menyebabkan beberapa akibat negatif, tetapi yang terutama adalah timbulnya kerusakan jaringan, terutama jaringan detoksifikasi dan ekskresi (hati dan ginjal). Beberapa logam mempunyai sifat karsinogenik (pembentuk kanker), maupun teratogenik (salah bentuk organ). Daya toksisitas ini dipengaruhi beberapa faktor yaitu kadar logam yang termakan, lamanya mengkonsumsi, umur, spesies, jenis kelamin, kebiasaan makan makanan tertentu, kondisi fisik dan kemampuan jaringan tubuh untuk mengakumulasi logam. Beberapa logam toksik dapat menyerang saraf sehingga dapat menyebabkan kelainan tingkah laku (Darmono, 1995).

2.3.1 Timbal

Timbal memiliki titik leleh 327°C dan titik didih 1740°C (Windholz, 1976). Timbal terdapat dimana-mana dalam lingkungan, karena terdapat di alam dan digunakan dalam industri. Sumber emisi timbal antara lain dari pabrik plastik, percetakan, peleburan timah, pabrik karet, pabrik baterai, pabrik cat, kendaraan bermotor, tambang timah dan sebagainya (Wijanto, 2005). Kira-kira 10% dari hasil tambang timbal digunakan untuk produksi Pb tetraetil, yang ditambahkan pada bensin sebanyak 1 mL/L bensin sebagai *antiknock*. Pengurangan kadar timbal dalam bensin dalam dasawarsa terakhir menyebabkan penurunan kadar timbal dalam darah manusia. Manusia terpajan timbal terutama dari makanan (Ganiswara, 1995).

Timbal adalah logam toksik yang bersifat kumulatif sehingga mekanisme toksisitasnya dibedakan menurut beberapa organ yang dipengaruhi, yaitu sebagai berikut (Ganiswara, 1995; Darmono, 2001):

- a. Sistem hemopoietik: Pb menghambat sistem pembentukan hemoglobin sehingga menyebabkan anemia dan hemoglobinuria.
- b. Sistem saraf pusat dan tepi: dapat menyebabkan gangguan ensefali dan gejala gangguan saraf perifer.
- c. Sistem ginjal: dapat menyebabkan aminoasiduria, fosfaturia, glukosuria, nefropati, fibrosis, dan atrofi glomerular.
- d. Sistem gastro-intestinal: dapat menyebabkan kolik dan konstipasi.
- e. Sistem kardiovaskular: dapat menyebabkan peningkatan permeabilitas kapiler pembuluh darah.
- f. Sistem reproduksi: dapat menyebabkan kematian janin waktu melahirkan pada wanita serta hipospermi dan teratospermi pada pria.
- g. Sistem endokrin: mengakibatkan gangguan fungsi tiroid dan fungsi adrenal.

Gejala keracunan timbal pada orang dewasa meliputi pucat, sakit perut, konstipasi, muntah, anemia, dan sering terlihat adanya garis biru tepat di daerah gusi di atas gigi, sulit mengingat, konsentrasi menurun, dan kurang lancar bicara. Sedangkan, pada anak meliputi hilangnya nafsu makan, rasa sakit perut dan

muntah, sulit berkata-kata, tidak ada keinginan untuk bermain, enselepati dan akhirnya koma (Ganiswara, 1995; Darmono, 2001).

2.3.2 Kadmium

Kadmium memiliki titik leleh 321°C dan titik didih 765°C (Windholz, 1976). Kadmium merupakan logam toksik yang penting saat ini. Dalam alam, kadmium tercampur dengan seng dan Pb. Ekstraksi serta pengolahan kedua logam terakhir ini sering menyebabkan pencemaran lingkungan oleh kadmium. Unsur kadmium ditemukan pada tahun 1817, namun baru digunakan kira-kira 50 tahun yang lalu. Resistensi yang tinggi terhadap korosi, sifat elektrokimiawi yang berharga, dan sifat kimiawi yang bermanfaat menyebabkan kadmium digunakan secara luas dalam *electroplating* dan galvanisasi, dalam pembuatan plastik, warna cat (kuning), dan baterai nikel-kadmium (Ganiswara, 1995).

Sekitar 5% dari diet kadmium, diabsorpsi dalam tubuh. Sebagian besar Cd masuk melalui saluran pencernaan. Kadmium dalam tubuh terakumulasi dalam hati dan ginjal terutama sebagai metalotionein (Harlia, Astuti, & Marlina, n.d.; Darmono, 2001).

Kadmium yang termakan dapat menimbulkan mual, muntah, salivasi, diare, dan kejang perut. Kadar kadmium $200\ \mu\text{g/g}$ ginjal, akan menyebabkan cedera ginjal. Pada pajanan kadmium berat, terjadi cedera glomeruli, menurunnya laju filtrasi glomerulus ginjal, serta timbulnya aminoasiduria, glikosuria dan proteiunuria. Kasus keracunan Cd kronis juga menyebabkan gangguan kardiovaskuler dan hipertensi. Hal tersebut terjadi karena tingginya afinitas jaringan ginjal terhadap kadmium. Gejala hipertensi tidak selalu dijumpai pada kasus keracunan kronis Cd. Selain itu, kadmium dapat menyebabkan terjadinya gejala osteomalasea karena terjadi interferensi daya keseimbangan kandungan kalsium dan fosfat dalam ginjal (Ganiswara, 1995; Darmono, 2001).

2.3.3 Tembaga

Tembaga memiliki titik leleh 1083°C dan titik didih 2595°C (Windholz, 1976). Tembaga dengan nama kimia Cupprum dilambangkan dengan Cu. Unsur logam ini berbentuk kristal dengan warna merah muda yang lunak, dapat ditempa dan liat. Tembaga dipakai sebagai logam murni atau logam campuran dalam pabrik kawat, pelapis logam, pipa dan lain-lain (Wijanto, 2005)

Logam berat Cu digolongkan ke dalam logam berat dipentingkan atau logam berat esensial artinya meskipun Cu merupakan logam berat beracun, unsur logam ini sangat dibutuhkan tubuh meski dalam jumlah yang sedikit. Cu dibutuhkan manusia sebagai kompleks Cu-protein yang mempunyai fungsi tertentu dalam pembentukan hemoglobin, pembuluh darah, dan myelin otak. Disamping itu Cu juga terlibat dalam proses pembentukan energi untuk metabolisme serta dalam aktifitas tirosin (Darmono, 1995).

Tembaga dapat masuk ke dalam tubuh manusia melalui pernafasan, oral dan kulit yang berasal dari berbagai bahan yang mengandung tembaga. Tembaga juga terdapat pada tempat pembuangan limbah bahan berbahaya. Senyawa tembaga yang larut dalam air akan lebih mengancam kesehatan. Cu yang masuk ke dalam tubuh, dengan cepat masuk ke peredaran darah dan didistribusi ke seluruh.

Cu dalam jumlah kecil (1 mg/hr) penting dalam diet agar manusia tetap sehat. Namun suatu intake tunggal atau intake perhari yang sangat tinggi dapat membahayakan. Bila minum air dengan kadar Cu lebih tinggi dari normal akan mengakibatkan muntah, diare, kram perut dan mual. Bila intake sangat tinggi dapat mengakibatkan kerusakan liver dan ginjal, bahkan sampai kematian tubuh (Wijanto, 2005).

2.3.4 Batas cemaran timbal, kadmium, dan tembaga

Berdasarkan surat keputusan direktur jenderal pengawasan obat dan makanan nomor: 03275/b/sk/vii/89, kadar timbal dan tembaga yang diperbolehkan dalam daging dan hasil olahannya adalah masing-masing 2,0

mg/kg dan 20,0 mg/kg (*Kumpulan peraturan*, 1998). Sedangkan, menurut FDA (*Food and Drug Administration*), kadar kadmium dalam makanan yang diizinkan adalah 1,0 mg/kg (Nuryani, 2001).

2.4 Preparasi sampel

Analisis dengan metode spektrofotometri biasa dan SSA untuk unsur logam dalam bahan-bahan dapat dilakukan asalkan contoh yang dianalisis dilarutkan terlebih dahulu (biasanya dalam air). Banyak jenis contoh yang tidak atau sulit untuk dilarutkan langsung dengan air, terutama contoh yang berupa bahan-bahan padat, bahan organik (baik padat maupun cair). Oleh karena itu diperlukan persiapan terlebih dahulu sebelum analisis dengan teknik-teknik tersebut di atas. Tahapan destruksi merupakan salah satu preparasi sampel sebelum melakukan analisis kimia. Tahap ini dianggap paling sulit dan paling menentukan. Dalam proses destruksi ini bahan (matriks) organik dalam sampel biologi dioksidasi menjadi CO₂ dan air sehingga meninggalkan residu anorganik yang mengandung unsur-unsur yang akan dianalisis.

Cara yang umum digunakan dalam usaha menghilangkan senyawa organik tersebut adalah oksidasi yang meliputi:

a. Cara oksidasi kering (*dry ashing* atau *dry digestion*).

Pada cara ini, oksidasi sampel dilakukan pada suhu yang tinggi (antara 500°C dan 600°C) dengan oksigen murni atau oksigen dari udara sebagai oksidatornya. Air dan bahan volatil lainnya menguap dan zat organik yang dibakar dengan adanya oksigen di udara diubah menjadi CO₂, H₂, dan N₂. Kebanyakan mineral dikonversi menjadi oksida, sulfat, fosfat, klorida atau silikat. Meskipun sebagian besar mineral memiliki volatilitas yang rendah pada suhu tinggi, namun beberapa mineral ada yang menguap dan mungkin sebagian hilang, misalnya besi, timbal, merkuri. Jika analisis sedang dilakukan untuk menentukan konsentrasi zat tersebut, dianjurkan menggunakan metode lain yang menggunakan suhu yang lebih rendah.

b. Cara oksidasi basah (*wet ashing*)

Cara oksidasi basah biasa digunakan dalam penyiapan sampel untuk mineral spesifik. Oksidasi basah merusak dan menghilangkan matriks organik sehingga mineral akan terlarut dalam larutan air. Dimana oksidasi dilakukan pada suhu yang lebih rendah ($100-200^{\circ}\text{C}$) dengan asam-asam pengoksidasi kuat sebagai oksidatornya seperti H_2SO_4 , HNO_3 , HClO_4 , H_2O_2 , HF dan lain sebagainya. Pemanasan dilanjutkan sampai bahan organik terdigerusi sempurna dan hanya menyisakan mineral oksida di dalam larutan (McClements, 2003).

2.5 Spektrofotometri Serapan Atom

Peristiwa serapan atom pertama kali diamati oleh Fraunhofer, ketika menelaah garis hitam pada spektrum matahari. Sedangkan, yang memanfaatkan prinsip serapan atom pada bidang analisis adalah seorang Australia bernama Alan Walsh di tahun 1955. Sebelumnya banyak ahli tergantung pada cara-cara spektrofotometri atau metode analisis spektrografi. Beberapa cara ini sulit dan memakan waktu, kemudian segera digantikan dengan spektroskopi serapan atom (SSA) atau *atomic absorption spectroscopy* (AAS). Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Teknik ini mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan metode spektroskopi emisi konvensional. Metode serapan sangatlah spesifik. Logam-logam yang membentuk campuran kompleks dapat dianalisis dan selain itu tidak selalu diperlukan sumber energi yang besar (Khopkar, 2007).

Teknik analisis SSA berdasarkan pada penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) dengan energi dari api atau arus listrik. Atom-atom mengalami transisi bila menyerap energi. Sebagian besar atom akan berada pada *ground state*, dan sebagian kecil (tergantung suhu) yang tereksitasi akan memancarkan cahaya dengan panjang gelombang yang khas untuk atom tersebut ketika kembali ke *ground state*. Detektor akan mendeteksi energi terpancar tersebut (Harmita, 2006; Hendayana, et.al, 1994).

Suhu yang dicapai dengan api tergantung dari campuran gas yang dipakai, 2450°K jika menggunakan campuran udara-asetilen (C_2H_2) dan 3200°K jika digunakan campuran $\text{N}_2\text{O}-\text{C}_2\text{H}_2$. Bahan yang dibakar dimasukkan ke dalam api

dalam bentuk tetesan-tetesan kecil yang uniform dengan suatu *nebulizer*. Cara ini kurang efisien sebab banyak bahan yang tidak teratomisasi, tidak mencapai api karena tetesannya terlalu besar atau hanya sebentar di jalan cahaya. Pembakaran dengan listrik (*graphite furnace*) menghasilkan suhu yang lebih tinggi, hingga 6000° K dan lebih efisien dalam pemakaian bahan (Harmita, 2006).

2.5.1 Hukum dasar SSA

SSA merupakan suatu metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid berdasarkan absorpsi radiasi oleh atom-atom netral dari logam tersebut dalam keadaan gas. Penyerapan energi ini berlangsung pada panjang gelombang yang khas bagi tiap atom logam. Interaksi radiasi dengan atom yang mengabsorpsi radiasi tersebut dinyatakan dengan Lambert-Beer.

Hukum Lambert menyatakan bila cahaya monokromatik melewati medium tembus cahaya, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi, berbanding lurus dengan intensitas cahaya. Sedangkan hukum Beer menyatakan bahwa intensitas cahaya monokromatik berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi zat penyerap secara linier.

$$A = \log P_0/P = a \cdot b \cdot c$$

dimana,

A = serapan (absorbansi)

P₀ = intensitas sinar yang masuk

P = intensitas sinar yang keluar

a = absorptivitas

b = tebal medium

c = konsentrasi larutan

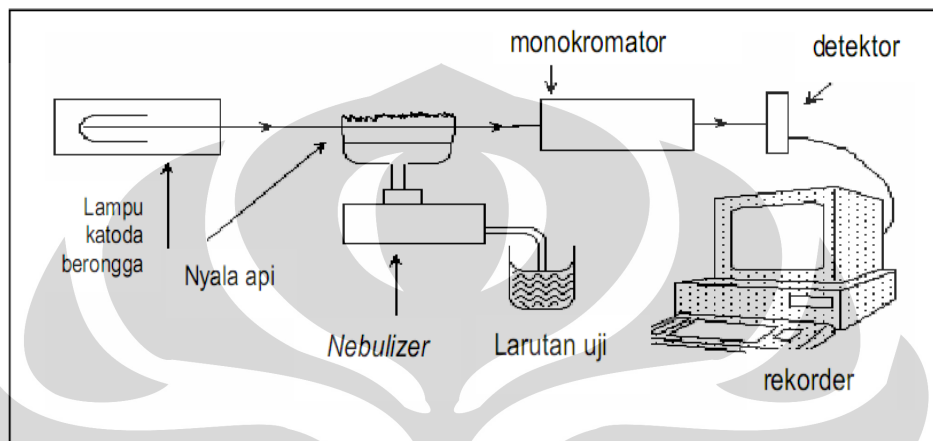
Inilah persamaan yang fundamental dari spektrofotometri dan sering disebut hukum Lambert-Beer. Nilai a tergantung pada cara menyatakan konsentrasi, jika c menyatakan dalam mol perliter dan b dalam sentimeter, maka a diberi lambang E dan disebut absorpsi molar dan absorpsivita molar (Basset, Denny, Jeffry, & Mendham, 1994).

2.5.2 Instrumentasi

Terdiri dari :

a. Spektrofotometer

Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) atau *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) dapat dilihat pada Gambar 2.1 dibawah ini:



[Sumber: *Atomic absorption*, 2006]

Gambar 2.1 Diagram spektrofotometer serapan atom “telah diolah kembali”

Keterangan:

1. Monokromator

Monokromator dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Di samping sistem optik, dalam monokromator juga terdapat suatu alat yang digunakan untuk memisahkan radiasi resonansi dan kontinyu yang disebut *chopper*.

2. Detektor

Suatu alat yang mengubah energi radiasi menjadi arus listrik yang cocok untuk diamati serta digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Arus listrik ini diperkuat dan diproses oleh alat elektronik untuk menghasilkan sinyal.

3. Rekorder

Sistem yang dapat menunjukkan besarnya sinyal arus listrik. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva dari suatu rekorder yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Harmita, 2006; *Atomic absorption*, 2006).

b. Sumber cahaya

Sumber cahaya yang paling populer adalah *hollow cathode lamp* (HCL). HCL ini terbuat dari kaca yang berbentuk silinder. Anoda terbuat dari tungsten. Bagian lampu mengandung gas inert, argon atau neon dibawah kondisi vakum (100-200 Pa). Voltase yang biasa diterapkan diantara elektrode berkisar 300 V, dengan 1-50mA. Inert gas akan terionisasi dan aliran ion positif dari gas akan dipercepat menuju katoda. Energi-energi yang berbenturan cukup untuk menyebabkan beberapa atom dalam katoda berubah menjadi atom-atom gas yang dihasilkan oleh suatu proses yang disebut *sputtering*. Atom ini selanjutnya akan tereksitasi karena adanya tabrakan dengan elektron dan ion yang kemudian akan memancarkan panjang gelombang spesifiknya. Beberapa HCL terdiri dari multi elemen, katodenya mengandung beberapa logam (Vandecasteele & Block, n.d.).

c. Alat atomisasi (*atomizer unit*)

Atomizer adalah tempat dimana analit teratomisasi, berupa nyala, tabung *graphite*, atau tabung *quartz*. Unit *atomizer* sebagai tambahan *atomizer*, semua pemasangan diperlukan untuk operasi, sebagai contoh pembakar dengan *nebulizer* dan gas pensuplai, atau *graphite furnace* dengan *power supply*. Bagian *atomizer* yang melewati pengukur sinar radiasi dihubungkan dengan volume absorpsi dan volume observasi.

Fungsi *atomizer unit* adalah menghasilkan sebanyak mungkin atom bebas pada *ground state* dan mempertahankan volume absorpsi selama mungkin. Distribusi atom harus sebisa mungkin homogen dalam volume absorpsi agar sesuai dengan kebutuhan hukum Lambert-Beer. Jalannya atomisasi, seperti transfer sampel, khususnya analit, ke dalam bentuk atom bebas pada fase gas, adalah proses yang penting dalam analisis dengan SSA. Keberhasilan atau

kegagalan pemisahan tergantung pada cara atomisasi. Sensitivitas pemisahan berkaitan langsung dengan derajat atomisasi dan waktu tinggal analit atom pada volume absorpsi. Akhirnya, gangguan yang tidak dikenal pada SSA tidak hanya mempengaruhi jumlah analit atom yang dihasilkan, juga secara absolut persatuan waktu, atau distribusi ruangnya dalam *atomizer*.

Kriteria yang paling penting dalam pemilihan *atomizer* yang sesuai untuk analisis ditentukan dengan konsentrasi analit dalam sampel analisis, jumlah analit yang ada, dan bentuk sampel (padat, larutan). Teknik *furnace* memperlihatkan sensitivitas yang lebih baik dari nyala. Kriteria penting lainnya adalah sifat analit itu sendiri, pertimbangan *atomizer* bermacam-macam pada kesesuaiannya untuk mengatomisasi analit secara individual sebagai hasil temperatur dan reaksi kimia pada berbagai tipe *atomizer* (Broekaert, 2002).

2.6 Validasi metode analisis

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk menentukan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya.

a. Kecermatan atau akurasi

Kecermatan adalah kedekatan hasil penetapan yang diperoleh dengan hasil yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai hasil perolehan kembali dari analit yang ditambahkan.

Cara penentuan kecermatan/akurasi :

1. Cara absolut
2. Cara adisi

Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks berbeda-beda dipengaruhi oleh jumlah analit pada matriks sampel. Hal ini selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Harmita, 2004).

b. Keseksamaan (*Precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penebaran hasil individual dari rata-rata jika

prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang.

Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Dari penelitian dijumpai bahwa koefisien variasi meningkat dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis. Pada kadar 1% atau lebih, standar deviasi relatif antara laboratorium adalah sekitar 2,5% ada satu per seribu adalah 5%. Pada kadar satu per sejuta (ppm) RSDnya adalah 16% dan pada kadar part per bilion (ppb) adalah 32%. Pada metode yang sangat kritis diterima bahwa RSD harus lebih dari 2%.

c. Selektivitas (*Spesifitas*)

Selektivitas atau spesifisitas suatu metode adalah kemampuan yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel. Selektivitas seringkali dapat dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (*degree of bias*) metode yang dilakukan terhadap sampel yang mengandung bahan yang ditambahkan berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya, dan dibandingkan dengan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan.

d. Linearitas dan rentang

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematika yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang diterima. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variasi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit.

Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $y = a + bx$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika

nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai a menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Parameter lain yang harus digunakan adalah simpangan baku residual (S_y). Dengan menggunakan kalkulator atau perangkat lunak komputer, semua perhitungan matematika tersebut dapat diukur.

e. Batas deteksi dan batas kuantitasi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitasi terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi.

f. Ketangguhan metode (*Ruggedness*)

Ketangguhan metode adalah derajat ketertiruan hasil uji yang diperoleh dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji normal, seperti laboratorium, analisis, instrumen, bahan pereaksi, suhu, hari yang berbeda, dan lain-lain. Ketangguhan biasanya dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh perbedaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji. Ketangguhan metode merupakan ukuran ketertiruan pada kondisi optimasi normal antar lab dan antar analisis.

g. Kekuatan (*Robustness*)

Untuk memvalidasi kekuatan suatu metode perlu dibuat suatu perubahan metodologi yang kecil dan terus menerus dan mengevaluasi respon analitik dan efek pada presisi dan akurasi (Harmita, 2006).

BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan adalah hati ayam kampung jantan dan betina, hati ayam broiler jantan dan betina, larutan standar timbal (II) nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) (Merck), larutan standar kadmium (II) nitrat ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$) (Merck), larutan standar tembaga (II) nitrat ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2$) (Merck), asam nitrat pekat (HNO_3 65%) (Merck), dan aquadest bebas mineral.

3.2 Alat

Alat yang digunakan adalah spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300), lampu katoda berongga timbal, kadmium, dan tembaga, *Microwave Digestion System* (Milestone ethos 1), oven, timbangan analitik, batang penjepit, labu ukur, *beaker glass*, gelas ukur, pipet volume, mikro pipet, pipet tetes, karet penghisap, batang pengaduk, lempeng pemanas (*hot plate*), cawan penguap, kertas saring Whatman no.41, botol vial, corong, botol semprot, masker, dan blender.

3.3 Cara kerja

3.3.1 Pembuatan larutan standar

3.3.1.1 Larutan standar timbal

Dari larutan timbal 1020 ppm, dipipet 1,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 10,20 ppm. Dari larutan 10,20 ppm dipipet masing-masing 1,0; 5,0; 9,0; 13,0; 17,0; dan 21,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 0,1020; 0,5100; 0,9180; 1,3260; 1,7340; dan 2,1420 ppm.

3.3.1.2 Larutan standar kadmium

Dari larutan kadmium 1013 ppm, dipipet 1,0 mL ke dalam labu ukur 50,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 20,26 ppm. Dari larutan 20,26 ppm, dipipet 5,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 1,013 ppm.

Kemudian dari larutan 1,013 ppm dipipet masing-masing 1,0; 4,0; 7,0; 10,0; 13,0; dan 16,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 10,1; 40,5; 70,9; 101,3; 131,7; dan 162,1 ppb.

3.3.1.3 Larutan standar tembaga

Dari larutan standar tembaga 1014 ppm, dipipet 5,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 50,70 ppm. Dari larutan 50,70 ppm dipipet masing-masing 1,0; 4,0; 7,0; 10,0; 13,0; dan 16,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi larutan 0,5070; 2,0280; 3,5490; 5,0700; 6,5910; dan 8,1120 ppm.

3.3.2 Validasi metode analisis

3.3.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas

Dibuat larutan standar timbal (0,1020; 0,5100; 0,9180; 1,3260; 1,7340; dan 2,1420 ppm), kadmium (10,1; 40,5; 70,9; 101,3; 131,7; dan 162,1 ppb), dan tembaga (0,5070; 2,0280; 3,5490; 5,0700; 6,5910; dan 8,1120 ppm). Masing-masing diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Data serapan yang didapat kemudian diplot ke dalam sebuah kurva kalibrasi. Hasil plot kemudian dihitung untuk didapatkan faktor-faktor kelinearan garis, yaitu r dan

Vxo. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 1 (Harmita, 2006).

3.3.2.2 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) dapat dihitung dengan metode statistik dari hasil kurva kalibrasi yang didapat. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 2 (Harmita, 2006).

3.3.2.3 Uji presisi dan uji akurasi

Cara kerja uji presisi dan uji akurasi dapat dilakukan melalui cara kerja yang sama. Hasil yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung presisi dan akurasi. Presisi dapat dilihat dengan menghitung koefisien variasi. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 3 (Harmita, 2006). Akurasi dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK). Cara perolehan kembali yang digunakan adalah dengan metode adisi. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 4 (Harmita, 2004).

Pada uji perolehan kembali timbal, larutan yang akan diuji dibagi menjadi tiga kelompok. Ditimbang ± 2 gram sampel dan tambahkan 12,0 mL HNO₃ 65% dalam bejana TFM. Kemudian, tambahkan dengan standar sehingga diperoleh konsentrasi akhir 0,1020; 1,3260; dan 2,1420 ppm. Larutan kelompok pertama ditambahkan 33 μ L dari larutan standar 30,6 ppm. Larutan kelompok kedua ditambahkan 433 μ L dari larutan standar 30,6 ppm. Larutan kelompok ketiga ditambahkan 700 μ L dari larutan standar 30,6 ppm. Kemudian, lakukan destruksi menggunakan *microwave digestion system*. Larutan hasil destruksi dituang ke dalam cawan penguap lalu diuapkan di atas lempeng pemanas (*hot plate*) dengan suhu yang tinggi hingga volume larutan $\pm 10,0$ mL. Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 10,0 mL. Kemudian, tambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas. Saring larutan dan pindahkan ke dalam botol vial. Dibuat lima kali ulangan untuk masing-masing kelompok. Masing-masing larutan diukur

dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Kemudian serapannya dicatat.

Pada uji perolehan kembali kadmium, larutan yang akan diuji dibagi menjadi tiga kelompok. Ditimbang ± 2 gram sampel dan tambahkan 12,0 mL HNO_3 65% dalam bejana TFM. Kemudian, tambahkan dengan standar sehingga diperoleh konsentrasi akhir 10,1; 101,3; dan 162,1 ppb. Larutan kelompok pertama ditambahkan 50 μL dari larutan standar 2,026 ppm. Larutan kelompok kedua ditambahkan 500 μL dari larutan standar 2,026 ppm. Larutan kelompok ketiga ditambahkan 800 μL dari larutan standar 2,026 ppm. Kemudian, lakukan destruksi menggunakan *microwave digestion system*. Larutan hasil destruksi dituang ke dalam cawan penguap lalu diuapkan di atas lempeng pemanas (*hot plate*) dengan suhu yang tinggi hingga volume larutan $\pm 10,0$ mL. Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 10,0 mL. Kemudian, tambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas. Saring larutan dan pindahkan ke dalam botol vial. Dibuat lima kali ulangan untuk masing-masing kelompok. Masing-masing larutan diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Kemudian serapannya dicatat.

Pada uji perolehan kembali tembaga, larutan yang akan diuji dibagi menjadi tiga kelompok. Ditimbang ± 2 gram sampel dan tambahkan 12,0 mL HNO_3 65% dalam bejana TFM. Kemudian, tambahkan dengan standar sehingga diperoleh konsentrasi akhir 0,5070; 5,0700; dan 8,1120 ppm. Larutan kelompok pertama ditambahkan 50 μL dari larutan standar 101,4 ppm. Larutan kelompok kedua ditambahkan 500 μL dari larutan standar 101,4 ppm. Larutan kelompok ketiga ditambahkan 800 μL dari larutan standar 101,4 ppm. Kemudian, lakukan destruksi menggunakan *microwave digestion system*. Larutan hasil destruksi dituang ke dalam cawan penguap lalu diuapkan di atas lempeng pemanas (*hot plate*) dengan suhu yang tinggi hingga volume larutan $\pm 10,0$ mL. Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 10,0 mL. Kemudian, tambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas. Saring larutan dan pindahkan ke dalam botol vial. Dibuat lima kali ulangan untuk masing-masing kelompok. Masing-masing larutan diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Kemudian serapannya dicatat.

3.3.3 Penyiapan sampel

3.3.3.1 Metode pengambilan sampel

Sampel berupa hati ayam broiler jantan dan betina serta hati ayam kampung jantan dan betina yang diperoleh dari pasar Depok Jaya dan berasal dari satu penjual ayam. Sampel telah dicuci bersih menggunakan air.

3.3.3.2 Pengeringan hati ayam segar

Cawan penguap kosong yang akan digunakan dalam menimbang sampel dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam. Cawan kosong dipindahkan ke dalam desikator selama 30 menit menggunakan batang penjepit hingga mencapai suhu ruang. Cawan penguap diletakkan di atas timbangan analitik kemudian timbangan analitik dinolkan.

Hati ayam yang telah dicuci bersih dan ditimbang ± 80 gram dalam cawan penguap lalu dicatat bobot basah nya. Sampel dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 48 jam (Harlia, Kurnani, & Juanda, 2001). Kemudian, sampel didinginkan dalam desikator selama 30 menit hingga mencapai suhu ruang. Lakukan pengeringan ulang hingga penimbangan sampel untuk bobot kering sudah mencapai bobot konstan (selisih penimbangan berturut-turut 0,2 mg). Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 5 (McClements, 2003).

Sampel hati ayam yang telah kering, dijadikan bubuk menggunakan blender.

3.3.3.3 Destruksi sampel

Bejana TFM diletakkan pada timbangan analitik dan timbangan analitik tersebut ditara. Kemudian, ± 2 gram sampel ditimbang ke dalam bejana TFM tersebut. Setelah itu, 12,0 mL HNO₃ 65% (Skalická, Koréneková, Nad, & Makóová, 2002) ditambahkan ke dalam bejana TFM tersebut. Jika ada bagian sampel yang tertinggal di dinding bejana TFM maka dibasahkan dengan reagen agar turun ke bawah. Kemudian, larutan tersebut dihomogenkan.

Bejana TFM tersebut dimasukkan ke dalam *protection shield*. Kemudian bejana tersebut ditutup dan dimasukkan ke dalam *segment*. Bejana TFM yang telah berada dalam *segment* kemudian dikencangkan dengan alat kunci untuk mengencangkan. Setelah benar-benar kencang, bejana tersebut dimasukkan ke dalam *microwave* lalu dihubungkan dengan alat sensor suhu. Gambar selengkapnya dapat dilihat pada gambar 3.1.

Microwave dijalankan dengan program yang telah ditentukan. Setelah proses destruksi selesai, bejana didinginkan sampai bejana memiliki suhu sama seperti suhu kamar. Tutup bejana dibuka dan larutan hasil destruksi dituang ke dalam cawan penguap lalu diuapkan di atas lempeng pemanas (*hot plate*) dengan suhu yang tinggi hingga volume larutan $\pm 7,0$ mL. Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 10,0 mL. Kemudian, tambahkan aquadest bebas mineral sampai volume tanda batas. Saring larutan dan pindahkan ke dalam botol vial. Dibuat tiga kali ulangan untuk masing-masing sampel. Program untuk menjalankan *microwave* dapat dilihat pada tabel 3.1.

3.3.4 Penentuan kadar timbal, kadmium, dan tembaga dalam sampel

3.3.4.1 Timbal

Pengukuran sampel dilakukan setelah didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 0,1020; 0,5100; 0,9180; 1,3260; 1,7340; dan 2,1420 ppm. Pengukuran sampel menggunakan spektrofotometer serapan atom. Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk timbal dapat dilihat pada tabel 3.2.

3.3.4.2 Kadmium

Pengukuran sampel dilakukan setelah didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 10,1; 40,5; 70,9; 101,3; 131,7; dan 162,1 ppb. Pengukuran sampel menggunakan spektrofotometer serapan atom. Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk kadmium dapat dilihat pada tabel 3.3.

3.3.4.3 Tembaga

Pengukuran sampel dilakukan setelah didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 0,5070; 2,0280; 3,5490; 5,0700; 6,5910; dan 8,1120 ppm. Pengukuran sampel menggunakan spektrofotometer serapan atom. Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk tembaga dapat dilihat pada tabel 3.4.

Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 6.



BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menganalisis kadar timbal, kadmium, dan tembaga dalam hati ayam broiler jantan dan betina serta hati ayam kampung jantan dan betina. Untuk keperluan penelitian ini diambil sampel berupa hati ayam segar yang diperoleh dari pasar dan telah dicuci bersih menggunakan air. Sampel yang digunakan terdiri atas empat jenis hati ayam, yaitu hati ayam broiler jantan, hati ayam broiler betina, hati ayam kampung jantan, dan hati ayam kampung betina. Pemilihan sampel tersebut berdasarkan jenis ayam potong yang beredar di masyarakat yaitu ayam broiler jantan dan betina serta ayam kampung jantan dan betina.

Pemilihan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) dalam menganalisis timbal, kadmium, dan tembaga dalam sampel adalah karena metode ini dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif unsur-unsur logam dalam jumlah renik. Ada beberapa kelebihan dari metode SSA ini dibandingkan dengan spektrofotometer biasa yaitu spesifik, batas deteksi yang rendah dari larutan yang sama bisa mengukur unsur-unsur yang berlainan, pengukurannya langsung terhadap contoh, *output* dapat langsung dibaca, dan batas kadar penentuannya luas.

4.1 Pembuatan larutan standar

Dilakukan pengenceran menggunakan aquadest bebas mineral terhadap larutan standar timbal 1020 ppm sehingga diperoleh tingkatan konsentrasi 0,1020; 0,5100; 0,9180; 1,3260; 1,7340; dan 2,1420 ppm. Dilakukan pengenceran menggunakan aquadest bebas mineral terhadap larutan standar timbal 1013 ppm sehingga diperoleh tingkatan konsentrasi 10,1; 40,5; 70,9; 101,3; 131,7; dan 162,1 ppb. Dilakukan pengenceran menggunakan aquadest bebas mineral terhadap larutan standar timbal 1014 ppm sehingga diperoleh tingkatan konsentrasi 0,5070; 2,0280; 3,5490; 5,0700; 6,5910; dan 8,1120 ppm.

Rentang konsentrasi dalam pembuatan kurva kalibrasi disesuaikan sedemikian rupa sehingga konsentrasi logam dalam sampel yang diteliti berada dalam rentang tersebut. Larutan standar yang digunakan dalam kurva kalibrasi dan validasi metode menggunakan larutan induk 1000 ppm. Seluruh proses pembuatan larutan standar dilakukan dengan hati-hati karena timbal, kadmium, dan tembaga tergolong logam berat yang berbahaya bagi tubuh manusia. Diperlukan ketelitian yang cukup tinggi dalam hal pengenceran larutan standar karena konsentrasi yang diinginkan cukup kecil dalam analit yaitu ppm (*part per million*). Kurang teliti dalam membuat larutan standar akan mempengaruhi serapan yang dihasilkan.

4.2 Validasi metode analisis

4.2.1 Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas

Data serapan yang didapat untuk masing-masing logam kemudian diplot ke dalam sebuah kurva kalibrasi. Persamaan garis linier yang diperoleh untuk standar timbal adalah $y = 0,02489x + 0,00028$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99995. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada gambar 4.1 dan tabel 4.1. Persamaan garis linier yang diperoleh untuk standar kadmium adalah $y = 0,0006151x + 0,000387$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99988. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada gambar 4.2 dan tabel 4.2. Persamaan garis linier yang diperoleh untuk standar tembaga adalah $y = 0,1231x + 0,0414$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99991. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada gambar 4.3 dan tabel 4.3.

Validasi metode analisis dilakukan bertujuan untuk memastikan dan mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut sudah sesuai untuk peruntukannya. Pada penelitian ini dilakukan beberapa parameter validasi metode analisis. Parameter validasi yang pertama dilakukan adalah pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas. Kurva kalibrasi dibuat dengan tujuan untuk mengetahui kelinieran antara konsentrasi analit dengan serapan yang dihasilkan. Linearitas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada

kisaran yang diberikan. Linearitas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dan konsentrasi (x) dengan persamaan $y = a + bx$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau $r = -1$ bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai a menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan (Harmita, 2006). Rentang konsentrasi larutan standar yang dipakai dalam pembuatan kurva kalibrasi, dibuat penulis sedemikian rupa sehingga konsentrasi timbal, kadmium, dan logam dalam sampel dapat terukur pada rentang konsentrasi larutan standar yang dibuat. Pada enam buah larutan standar timbal, kadmium, dan tembaga dihasilkan nilai r berturut-turut 0,99995; 0,99988; dan 0,99991. Nilai r menunjukkan hasil yang baik karena mendekati 1. Hal ini menginformasikan bahwa terdapat hubungan yang proporsional antara respon analitik (serapan) dengan konsentrasi yang diukur. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 1.

4.2.2 Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) timbal berturut-turut yaitu 25,8 ppb dan 86,1 ppb. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.4. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) kadmium berturut-turut yaitu 2,9 ppb dan 9,7 ppb. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.5. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) tembaga berturut-turut yaitu 124,3 ppb dan 414,2 ppb. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.6.

Dari kurva kalibrasi dapat pula ditentukan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitas (LOQ) dengan perhitungan matematis. Batas deteksi (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas kuantisasi (LOQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantiasi terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 2.

4.2.3 Uji presisi

Uji presisi ditentukan dengan nilai koefisien variasi. Koefisien variasi untuk timbal pada masing-masing sampel dengan penambahan konsentrasi 0,1020; 1,3260; dan 2,1420 ppm memberikan hasil yang berada pada rentang 0,98-9,74%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.7-4.10. Koefisien variasi kadmium pada masing-masing sampel dengan penambahan konsentrasi 10,1; 101,3; dan 162,1 ppb memberikan hasil yang berada pada rentang 1,07-9,15%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.11-4.14. Koefisien variasi tembaga pada masing-masing sampel dengan penambahan konsentrasi 0,5070; 5,0700; dan 8,1120 ppm memberikan hasil yang berada pada rentang 1,48-8,17%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.15-4.18.

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Pada uji presisi, dilakukan analisis terhadap tiga rentang konsentrasi, yaitu konsentrasi rendah, konsentrasi sedang, dan konsentrasi tinggi yang mewakili rentang kalibrasi yang terdapat dalam kurva kalibrasi. Untuk masing-masing rentang konsentrasi dilakukan pengulangan lima kali.

Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Berdasarkan hasil yang diperoleh, masing-masing logam pada seluruh sampel yang diteliti memberikan nilai koefisien variasi kurang dari 16%. Hal ini menginformasikan bahwa sistem operasional alat dan analisis memiliki presisi yang baik terhadap metode dengan respon yang relatif konstan, sehingga hasil pengukuran memiliki nilai presisi yang memenuhi syarat yaitu kurang dari 16% untuk kadar yang kecil (ppm). Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 3.

4.2.4 Uji akurasi

Penentuan kecermatan atau akurasi ditentukan dengan uji perolehan kembali. Uji perolehan kembali untuk timbal pada masing-masing sampel dengan

penambahan konsentrasi 0,1020; 1,3260; dan 2,1420 ppm memberikan hasil yang berada pada rentang 82,17-106,86%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.19-4.22. Uji perolehan kembali untuk kadmium pada masing-masing sampel dengan penambahan konsentrasi 10,1; 101,3; dan 162,1 ppb memberikan hasil yang berada pada rentang 86,87-108,08%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.23-4.26. Uji perolehan kembali pada masing-masing sampel dengan penambahan konsentrasi 0,5070; 5,0700; dan 8,1120 ppm memberikan hasil yang berada pada rentang 80,60-108,49%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.27-4.30.

Pada uji akurasi, dilakukan analisis terhadap tiga rentang konsentrasi, yaitu konsentrasi rendah, konsentrasi sedang, dan konsentrasi tinggi yang mewakili rentang kalibrasi yang terdapat dalam kurva kalibrasi. Untuk masing-masing rentang konsentrasi dilakukan pengulangan lima kali.

Akurasi ditentukan dengan uji perolehan kembali (UPK) dengan metode adisi. UPK dengan metode adisi kurang akurat bila dibandingkan dengan metode absolut. Namun dalam penelitian kali ini tidak memungkinkan untuk melakukan UPK dengan metode absolut karena matriks timbal, kadmium, dan tembaga dalam seluruh sampel tidak diketahui dan tidak adanya blanko atau sampel hati ayam plasebo yang tidak mengandung timbal, kadmium, dan tembaga sama sekali. Metode adisi merupakan metode penambahan standar dengan jumlah tertentu ke dalam sampel. Metode ini digunakan juga dalam uji presisi, namun dengan perhitungan parameter yang berbeda.

Untuk uji akurasi, serapan yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan garis kurva kalibrasi dan didapatkan konsentrasi sampel yang ditambahkan dengan standar. Hasil tersebut dikurangi dengan konsentrasi sampel yang tidak ditambahkan dengan standar. Selisih yang didapat dibandingkan dengan konsentrasi standar yang ditambahkan ke dalam sampel.

Uji perolehan kembali dapat dilakukan pada seluruh sampel karena seluruh sampel memberikan hasil positif terhadap timbal, kadmium, dan tembaga. Hasil UPK yang didapat pada seluruh sampel berada pada rentang antara 80-110 % dan hasil akurasi memenuhi kriteria yang dipersyaratkan. Hasil UPK ini dapat diterima karena analit yang dianalisis mempunyai konsentrasi yang kecil. Hal ini

dapat dilihat pada tabel 2.1. Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 4.

4.3 Penyiapan sampel

Sampel hati ayam broiler jantan dan betina serta sampel hati ayam kampung jantan dan betina yang telah dicuci bersih menggunakan air (Gambar 4.4) kemudian dikeringkan dalam oven. Setelah proses pengeringan selesai, sampel dijadikan bubuk menggunakan blender. Sampel kemudian didestruksi dengan menggunakan *microwave digestion system* (Gambar 4.5). Hasil destruksi dari sampel tersebut berupa larutan bening berwarna kuning yang dapat dilihat pada Gambar 4.6.

Persentase susut pengeringan pada sampel hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina berturut-turut adalah 73,75; 73,91; 74,63; dan 74,63%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.31.

Sampel yang dipakai dalam penelitian kali ini diambil dari pasar Depok Jaya dan berasal dari satu penjual ayam. Kemudian, sampel dicuci bersih menggunakan air. Pengambilan sampel dari pasar bertujuan agar sampel yang diperoleh merupakan representasi dari hati ayam yang sering dikonsumsi oleh masyarakat. Sampel yang diteliti berasal dari satu penjual ayam dengan harapan kadar logam dalam satu macam sampel tidak berbeda signifikan. Diasumsikan bahwa sampel hati ayam yang diperoleh berasal dari sumber yang diberi perlakuan yang sama pada masa pemeliharaan sebelum dipasarkan. Proses pencucian menggunakan air merupakan perlakuan yang biasa dilakukan oleh masyarakat sebelum mengolah hati ayam tersebut sehingga diharapkan perlakuan terhadap sampel yang diteliti menyerupai kondisi sampel yang beredar di masyarakat.

Dilakukan penimbangan pada sampel basah dan sampel kering agar didapatkan persentase susut pengeringan. Perhitungan terhadap persentase susut pengeringan dilakukan agar didapatkan kadar logam dalam sampel basah. Batas kadar logam yang disyaratkan oleh Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan

Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia maupun FDA (*Food and Drug Administration*) merupakan kadar logam dalam sampel basah.

Kemudian, sampel kering dijadikan bubuk menggunakan blender untuk memudahkan proses penimbangan dan destruksi. Destruksi merupakan tahapan penting dalam analisis menggunakan spektrofotometer serapan atom. Dalam proses destruksi, bahan organik dalam sampel biologi dioksidasi menjadi CO₂ dan air sehingga meninggalkan residu anorganik yang mengandung unsur-unsur yang akan dianalisis. Cara oksidasi terpilih adalah cara oksidasi basah karena timbal dan kadmium tidak tahan pemanasan pada suhu tinggi. Pada suhu tinggi, kedua logam tersebut akan meleleh.

Proses destruksi dilakukan dengan menggunakan alat *microwave digestion system*. Alat tersebut dijalankan dengan program yang telah ditentukan buku panduan alat tersebut. Indikator proses destruksi telah selesai dan sempurna dilakukan dapat dilihat dari larutan yang dihasilkan yaitu dalam keadaan terlarut dan jernih/bening.

Hasil destruksi berupa larutan bening berwarna kuning. Larutan hasil destruksi disaring secara kuantitatif terlebih dahulu menggunakan kertas saring. Penyaringan perlu dilakukan agar didapatkan larutan yang jernih sebelum proses pengukuran dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom.

4.4 Penentuan kadar timbal, kadmium, dan tembaga dalam sampel

Penentuan kadar timbal, kadmium, dan tembaga dalam sampel menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dilengkapi dengan unit-unit SSA dan *hollow cathode lamp* dapat dilihat pada Gambar 4.7, 4.8, 4.9 dan 4.10.

Rata-rata kadar timbal dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot kering) yang diteliti berturut-turut adalah $0,9836 \pm 0,1799$; $1,0724 \pm 0,2157$; $0,8038 \pm 0,0434$; dan $3,7265 \pm 0,6566$ mg/kg. Rata-rata kadar timbal dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot basah) yang diteliti berturut-turut adalah $0,2582 \pm 0,0472$; $0,2798 \pm 0,0562$; $0,2039 \pm$

0,0110; dan $0,9454 \pm 0,1666$ mg/kg. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.32.

Rata-rata kadar kadmium dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot kering) yang diteliti berturut-turut adalah $0,0791 \pm 0,0060$; $0,2110 \pm 0,0506$; $0,3530 \pm 0,0153$; dan $0,4886 \pm 0,0701$ mg/kg. Rata-rata kadar kadmium dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot basah) yang diteliti berturut-turut adalah $0,0208 \pm 0,0016$; $0,0551 \pm 0,0132$; $0,0896 \pm 0,0038$; dan $0,1239 \pm 0,0178$ mg/kg. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.33.

Rata-rata kadar tembaga dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot kering) yang diteliti berturut-turut adalah $9,8050 \pm 0,4334$; $18,3084 \pm 1,7457$; $10,9695 \pm 0,4505$; dan $25,0734 \pm 2,3603$ mg/kg. Rata-rata kadar tembaga dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot basah) yang diteliti berturut-turut adalah $2,5738 \pm 0,1137$; $4,7766 \pm 0,4554$; $2,7829 \pm 0,1143$; dan $6,3611 \pm 0,5988$ mg/kg. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 4.34.

Penentuan kadar timbal, kadmium, dan tembaga pada masing-masing sampel dilakukan triplo. Untuk satu kali pengukuran dalam satu sampel untuk ketiga logam berasal dari larutan yang sama karena salah satu keunggulan spektrofotometer serapan atom adalah larutan yang sama bisa mengukur unsur-unsur yang berlainan. Timbal, kadmium, dan tembaga terdeteksi pada seluruh sampel yang diteliti. Kadar timbal, kadmium, dan tembaga dalam seluruh sampel (bobot basah) yang diteliti masih dalam batas aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat karena kadar timbal dan tembaga tidak melebihi dari kadar yang disyaratkan Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia yaitu sebesar berturut-turut 2,0 mg/kg dan 20,0 mg/kg dan kadar kadmium tidak melebihi dari kadar yang disyaratkan oleh FDA yaitu sebesar 1,0 mg/kg.

Salah satu rute masuknya logam berat ke dalam tubuh ayam adalah melalui pakan yang dikonsumsi oleh ayam. Ayam broiler merupakan jenis ayam

yang banyak dibudidayakan. Ayam broiler mendapat perlakuan khusus agar lingkungannya memadai. Lingkungan yang dimaksud adalah pakan yang bernilai tinggi, kesehatan yang prima, kandang yang nyaman, serta disiplin pemeliharaan (Sudin, 2009). Sedangkan, ayam kampung jarang ada yang dibudidayakan terkait faktor lama pemeliharaannya. Ayam kampung dibiarkan bebas untuk mencari makan di sekeliling rumah. Pakan yang dikonsumsi ayam kampung sembarangan dan tidak terjaga, kemungkinan ayam kampung terpajan cemaran logam berat lebih besar dibandingkan ayam broiler. Selain itu, untuk kadar tembaga dipengaruhi pula oleh pakan ayam berupa dedak. Pada umumnya demi alasan praktis, para peternak banyak menggunakan ransum komersil yang dicampur dengan dedak padi untuk menekan biaya produksi (Mihrahni, 2006). Dedak padi pada pakan ayam broiler mengandung antinutrisi berupa asam fitat. Asam fitat ($C_6H_{18}O_{24}P_6$) mempunyai sifat sebagai *chelating agent*, yaitu memiliki kemampuan mengikat mineral-mineral bervalensi dua salahsatunya adalah tembaga sehingga ketersediaannya bagi kebutuhan biologis ternak menjadi rendah. Asam fitat pada pH netral membentuk kompleks dengan tembaga. Ikatan kompleks fitat-Cu merupakan ikatan yang sangat stabil dan sangat tidak larut sehingga absorpsi dalam saluran pencernaan dan ketersediaan hayatinya menurun (Setiyatwan, n.d.). Oleh karena itu, kadar cemaran timbal, kadmium, dan tembaga pada hati ayam kampung yang diteliti cenderung lebih besar dibandingkan kadar cemaran timbal, kadmium, dan timbal pada hati ayam broiler yang diteliti. Kadar timbal, kadmium, dan tembaga antara hati ayam kampung dan hati ayam broiler dibandingkan dengan cara melihat perbandingan kadar logam antara hati ayam kampung jantan dan hati ayam broiler jantan serta hati ayam kampung betina dan hati ayam broiler betina.

Berdasarkan hasil percobaan Nuryanto (2007), meskipun bobot ayam betina lebih kecil dibandingkan ayam jantan, namun *feed intake* mingguan dan FCR (*feed conversion ratio*) ayam betina lebih besar dibandingkan ayam jantan. Banyaknya pakan yang dikonsumsi oleh ayam mempengaruhi kemungkinan banyaknya cemaran timbal, kadmium, dan tembaga yang masuk ke dalam tubuh ayam. Oleh karena itu, kadar timbal, kadmium, dan tembaga pada sampel hati ayam betina yang diteliti cenderung lebih besar dibandingkan dengan kadar

timbal, kadmium, dan tembaga pada sampel hati ayam jantan yang diteliti. Kadar timbal, kadmium, dan tembaga antara hati ayam betina dan hati ayam jantan dibandingkan dengan cara melihat perbandingan kadar logam antara hati ayam kampung betina dan hati ayam kampung jantan serta hati ayam broiler betina dan hati ayam broiler jantan.



BAB 5

KESIMPULAN

Cemaran timbal, kadmium, dan tembaga terdeteksi pada seluruh sampel yang diteliti. Rata-rata kadar timbal dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot basah) yang diteliti berturut-turut adalah $0,2582 \pm 0,0472$; $0,2798 \pm 0,0562$; $0,2039 \pm 0,0110$; dan $0,9454 \pm 0,1666$ mg/kg. Rata-rata kadar kadmium dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot basah) yang diteliti berturut-turut adalah $0,0208 \pm 0,0016$; $0,0551 \pm 0,0132$; $0,0896 \pm 0,0038$; dan $0,1239 \pm 0,0178$ mg/kg. Rata-rata kadar tembaga dalam hati ayam broiler jantan, broiler betina, kampung jantan, dan kampung betina dalam sampel (bobot basah) yang diteliti berturut-turut adalah $2,5738 \pm 0,1137$; $4,7766 \pm 0,4554$; $2,7829 \pm 0,1143$; dan $6,3611 \pm 0,5988$ mg/kg.

Kadar timbal, kadmium, dan tembaga dalam seluruh sampel (bobot basah) yang diperoleh dari pasar Depok Jaya masih dalam batas aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat karena kadar timbal dan tembaga tidak melebihi dari kadar yang disyaratkan Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia yaitu sebesar berturut-turut 2,0 mg/kg dan 20,0 mg/kg dan kadar kadmium tidak melebihi dari kadar yang disyaratkan oleh FDA yaitu sebesar 1,0 mg/kg.

DAFTAR ACUAN

- Arifin, Zainal. (1998). Beberapa unsur mineral esensial mikro dalam sistem biologi dan metode analisisnya. *Jurnal Litbang Pertanian*, 27(3), 103.
- Atomic absorption spectroscopy*. (2006). 8 Juni 2010. <http://www.chemistry.nmsu.edu/Instrumentation/AAS1.html>.
- Bahaya logam berat dalam makanan*. (23 September 2008). 15 Januari 2010. <http://www.bmf.litbang.depkes.go.id>.
- Basset, J., et.al. (1994). *Buku ajar vogel: kimia analisis kuantitatif anorganik* (4th ed.). Trans. A. Handayana Pudjaatmaka & L. Setiono. Jakarta: EGC.
- Beckket, William S., Nordberg, Gunnar F., dan Clarkson, Thomas W. (1997). Routes of exposure, dose, and metabolism of metals. Dalam Gunnar F. Nordberg., et.al (Eds.). *Handbook on the toxicology of metals* (3rd ed., pp. 39-42). New York: Elsevier Science Publisher.
- Broekaert, Jose A. C. (2002). *Analytical atomic spectrometry with flames and plasmas*. Germany: WILEY-VCH.
- Corwin, Elizabeth J. (2001). *Buku saku patofisiologi*. (Endah Pakaryaningsih, Ed.). (Brahm U. Pendit, Penerjemah). Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Darmono. (1995). *Logam dalam sistem biologi makhluk hidup*. Jakarta: UI-Press.
- Darmono. (2001). *Lingkungan hidup dan pencemaran: hubungannya dengan toksikologi senyawa logam*. Jakarta: UI-Press.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia. (1998). *Kumpulan peraturan perundang-undangan di bidang makanan dan minuman*. Jakarta: Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan.
- Ganiswara, Sulistia G., et.al. (Eds.). (1995). *Farmakologi dan terapi* (4th ed.). Jakarta: Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia.
- Harlia, Ellin., Astuti, Yuli., dan Marlina, Eulies Tanti. (n.d.). Deteksi logam berat kadmium (Cd) dalam hati ayam buras dan upaya reduksi secara fisik (penggorengan) dan kimiawi (penggunaan filtrat belimbing wuluh). *Dipresentasikan dalam Lokakarya Nasional Keamanan Pangan Produk Peternakan*, 37-39. Bandung: Fakultas Peternakan Universitas Padjajaran.

- Harlia, Ellin., Kurnani, Tb. Benito A., dan Juanda, Wowon. (2001). *Deteksi kandungan Pb dalam hati ayam broiler serta upaya menurunkan kandungan Pb dengan menggunakan asam jawa*. Laporan Penelitian Fakultas Peternakan Universitas Padjajaran, Bandung.
- Harmita. (2006). *Buku ajar analisis fisikokimia*. Depok: Departemen Farmasi FMIPA UI.
- Harmita. (Desember 2004). Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara pelaksanaannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian* (Vol.1, No.3, pp.117-135).
- Hendayana, Sumar., et.al. (1994). *Kimia analitik instrumen* (1st ed.). Semarang: IKIP Semarang Press.
- Khopkar, S.M. (2007). *Konsep dasar kimia analitik*. Trans. A. Saptorahardjo. Jakarta: UI-Press.
- McClements, D. Julian. (24 Oktober 2003). *Analysis of food product*. 8 Juni 2010. <http://www-unix.oit.umass.edu/~mcclemen/>.
- Mihrahni. (Juni 2006). Pengaruh campuran ransum komersil dan dedak padi yang ditambah CaCO₃ dan Premix A terhadap pertumbuhan ayam buras periode stater. *Jurnal Agrisistem*, (Vol. 2, No.1, 17-24).
- Nuroso. (2010). *Pembesaran ayam kampung hari per hari*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Nuryani, Titik. (2001). *Analisis Cd dan Zn yang terakumulasi dalam hati, ginjal, dan telur ayam petelur yang diberi pakan mengandung Cd secara SSA*. Skripsi tidak diterbitkan. Jakarta: Universitas Pancasila.
- Nuryanto. (2 Maret 2007). *Sexing untuk performa optimal broiler*. 1 Juni 2010. <http://www.trobos.com>.
- Setiyatwan, Hendi. (n.d.). *Pengaruh penambahan enzim fitase dan tembaga sulfat ke dalam ransum yang mengandung dedak padi terhadap penampilan serta status mineral tembaga pada ayam broiler*. Skripsi tidak diterbitkan. Bogor: Fakultas Peternakan IPB.
- Skalická, Magdaléna, et.al. (2002). Cadmium level in poultry meat. *Veterinarski Arhiv*, 72(1), 13-14.

- Sudin, Askam. (2009). *Tidak benar, broiler disuntik hormon*. 12 Mei 2010. <http://www.poultryindonesia.com>.
- Surtipanti, et.al. (n.d.). *Determination of heavy metal in meat, intestine, liver, eggs, and chicken using neutron activation analysis and atomisc absorption spectrometry*. Bandung: BATAN.
- Vandecasteele, C., Block, C. B. (n.d.). *Modern methods for trace element determination*. New York: John Willey & Sons.
- Voux, V. (1986). General chemistry of metals. Dalam L. Friberg, G.F. Nordberg, dan V. Vouk (Eds.). *Handbook on the toxicology of metals* (Vol. 1, 2nd ed., pp 14-18). New York: Elsevier Science Publisher.
- Wijanto, Sigit Eddie. (12 April 2005). *Limbah B3 dan kesehatan*. 13 Januari 2010. <http://dinkesjatim.go.id/images/datainfo/200504121503-LIMBAH%20B-3.pdf>.
- Windholz, Martha., et.al. (Eds.). (1976). *The merck index an encyclopedia of chemicals and drugs* (9th ed.). Rahway: Merck.
- Yusdja, Yusmichad. (28 Januari 1997). *Mencermati ragam ayam potong*. Intisari, 403. 6 Januari 2010. <http://home.planet.nl/~stev7596.htm>.



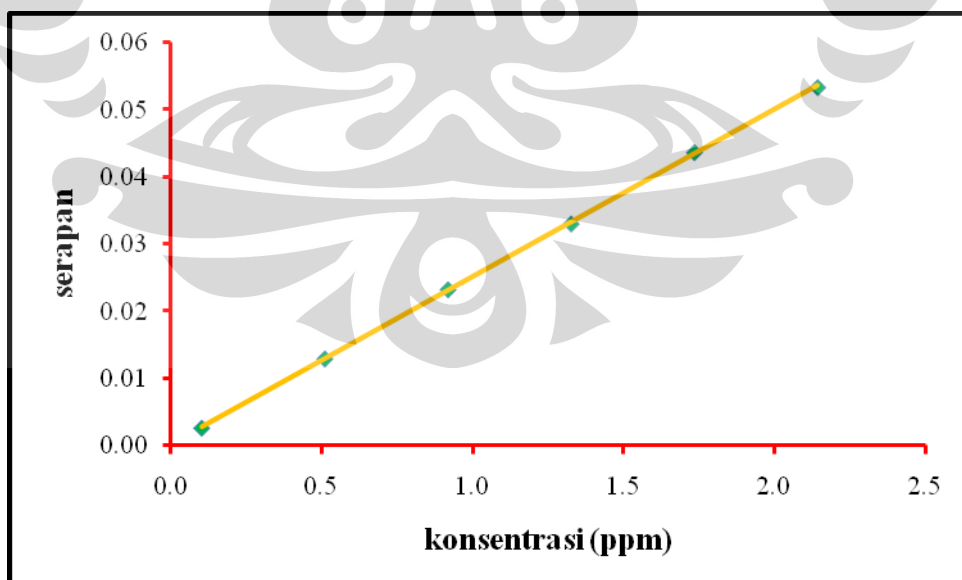
GAMBAR



Keterangan :

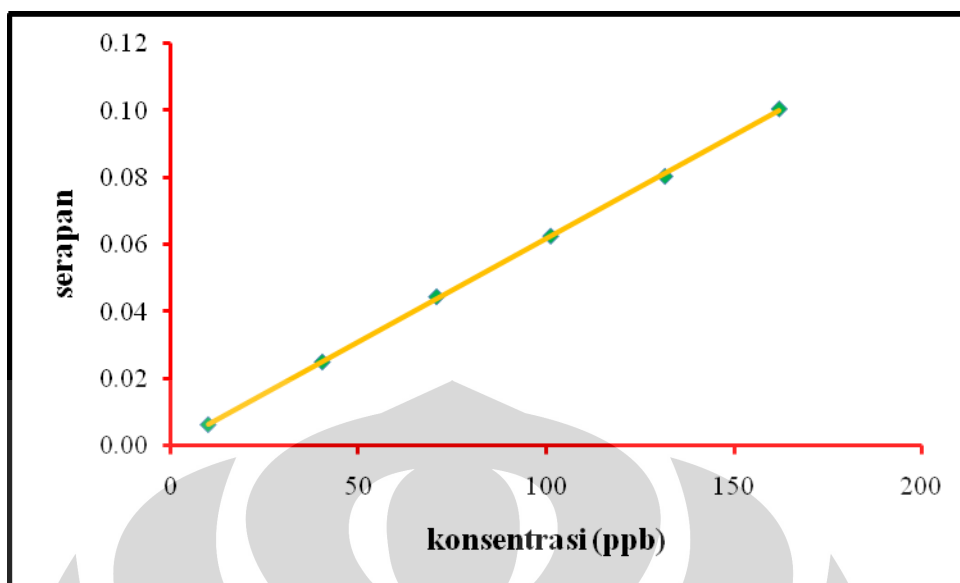
1. Bejana TFM
2. *Protection shield*
3. *Segment*

Gambar 3.1 Komponen bejana dalam *microwave digestion system*



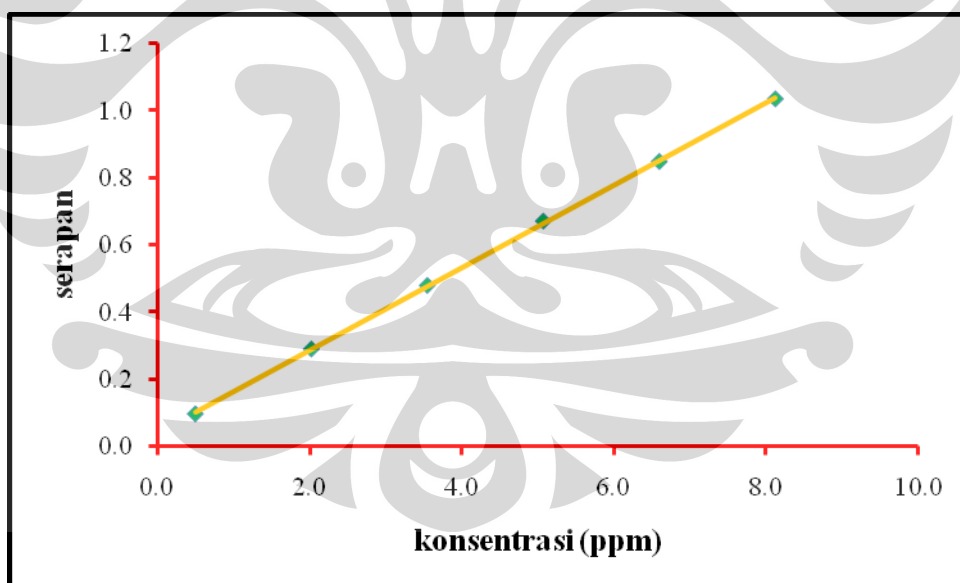
Persamaan garis kurva kalibrasi: $y = 0,02489x + 0,00028$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99995.

Gambar 4.1 Kurva kalibrasi standar timbal



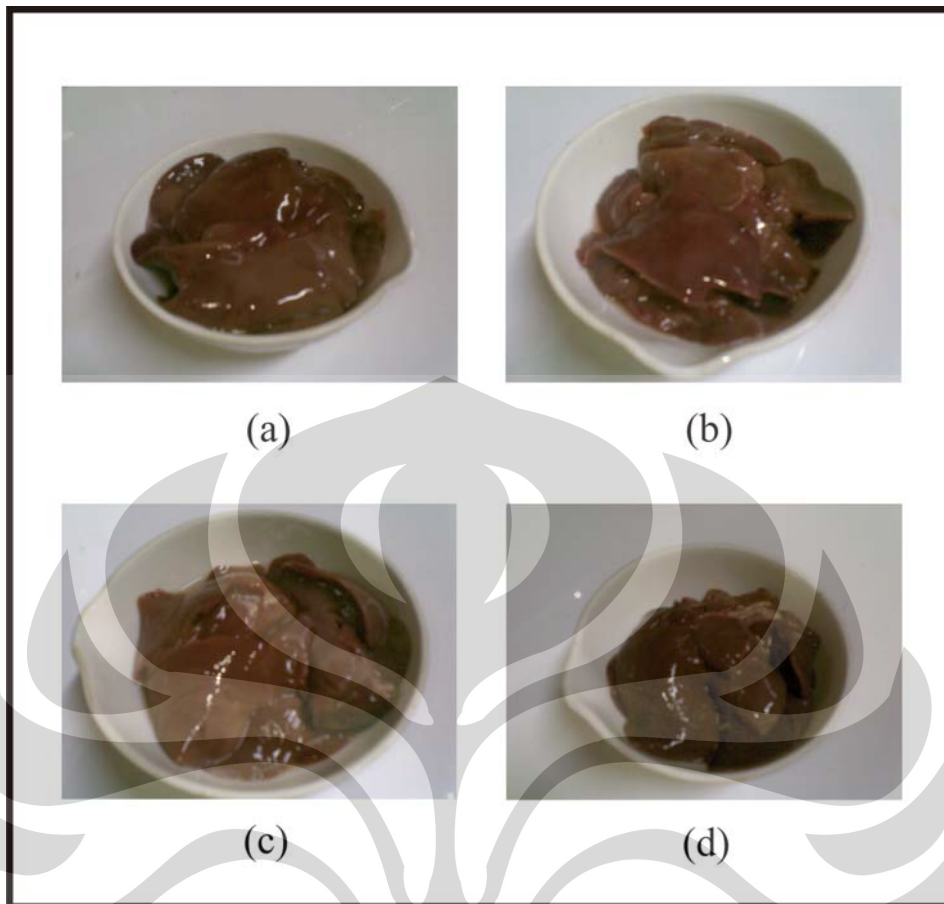
Persamaan garis kurva kalibrasi: $y = 0,0006151 x + 0,000387$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99988.

Gambar 4.2 Kurva kalibrasi standar kadmium



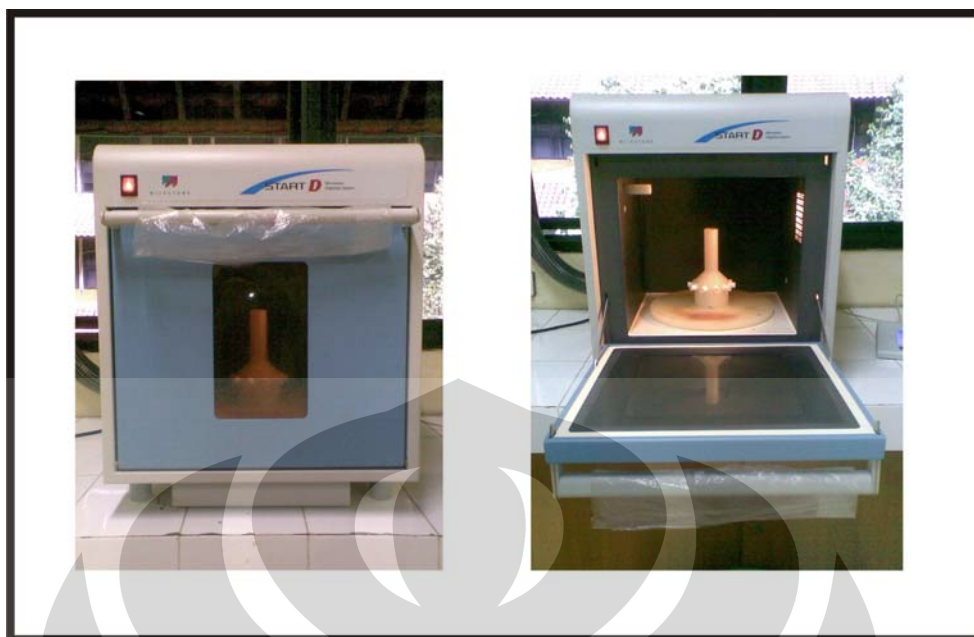
Persamaan garis kurva kalibrasi: $y = 0,1231x + 0,0414$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99991

Gambar 4.3 Kurva kalibrasi standar tembaga



Keterangan : (a) hati ayam broiler jantan, (b) hati ayam broiler betina, (c) hati ayam kampung jantan, dan (d) hati ayam kampung betina

Gambar 4.4 Sampel hati ayam



Gambar 4.5 *Microwave digestion system (Milestone ethos 1)*



Gambar 4.6 Larutan sampel hasil destruksi



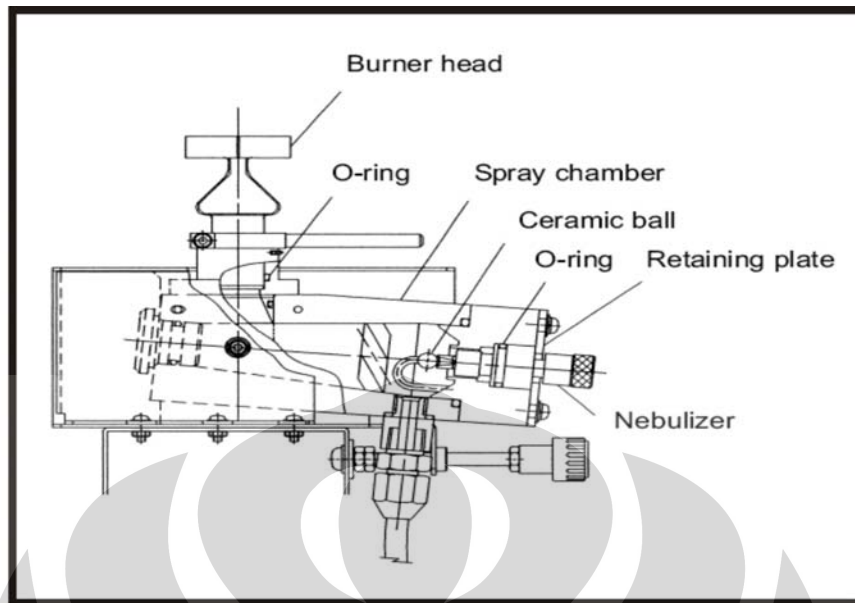
Gambar 4.7 Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300)



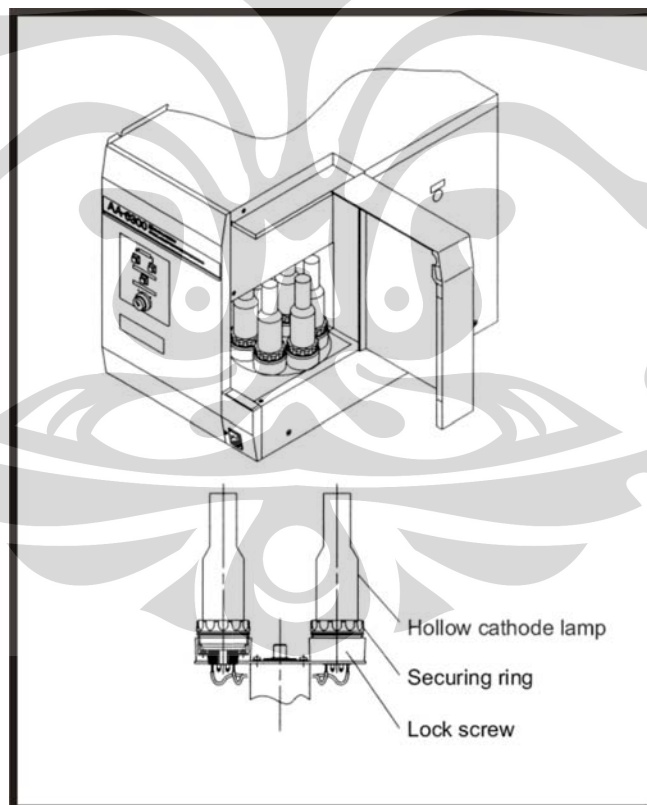
Keterangan :

- | | |
|------------------|---------------------------|
| 1. burner head | 5. drain sensor |
| 2. nebulizer | 6. Saluran masuk sampel |
| 3. spray chamber | 7. Saluran tempat buangan |
| 4. drain tank | 8. Flame monitor |

Gambar 4.8 Unit-unit SSA



Gambar 4.9 Skema unit-unit SSA

Gambar 4.10 Skema *hollow cathode lamp*



Tabel 2.1 Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks

Analit pada matriks sampel (%)	Rata-rata yang diperoleh (%)
100	98-102
> 10	98-102
> 1	97-103
> 0,1	95-105
0,01	90-107
0,001	90-107
0,000,1 (1 ppm)	80-110
0,000,01 (100 ppb)	80-110
0,000,001 (10 ppb)	60-115
0,000,000,1 (1 ppb)	40-120

[Sumber: Harmita, 2004]

Tabel 3.1 *Microwave program*

Tahap	Waktu (menit)	Suhu (°C)	<i>Microwave power</i> (watt)
1	10	180	1200
2	15	180	1200

Tabel 3.2 Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk timbal

Panjang gelombang	283,3 nm
Gas pembakar	Asetilen, kecepatan aliran 2,0 liter/menit
Oksidan	Udara, kecepatan aliran 15,0 liter/menit
Tinggi burner	7 mm

Tabel 3.3 Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk kadmium

Panjang gelombang	228,8 nm
Gas pembakar	Asetilen, kecepatan aliran 2,0 liter/menit
Oksidan	Udara, kecepatan aliran 15,0 liter/menit
Tinggi burner	7 mm

Tabel 3.4 Ketentuan spektrofotometer serapan atom untuk tembaga

Panjang gelombang	324,8 nm
Gas pembakar	Asetilen, kecepatan aliran 1,8 liter/menit
Oksidan	Udara, kecepatan aliran 15,0 liter/menit
Tinggi burner	7 mm

Tabel 4.1 Data serapan timbal

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,1020	0,0027
0,5100	0,0130
0,9180	0,0233
1,3260	0,0331
1,7340	0,0437
2,1420	0,0534

Persamaan garis kurva kalibrasi: $y = 0,02489x + 0,00028$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99995.

Tabel 4.2 Data serapan kadmium

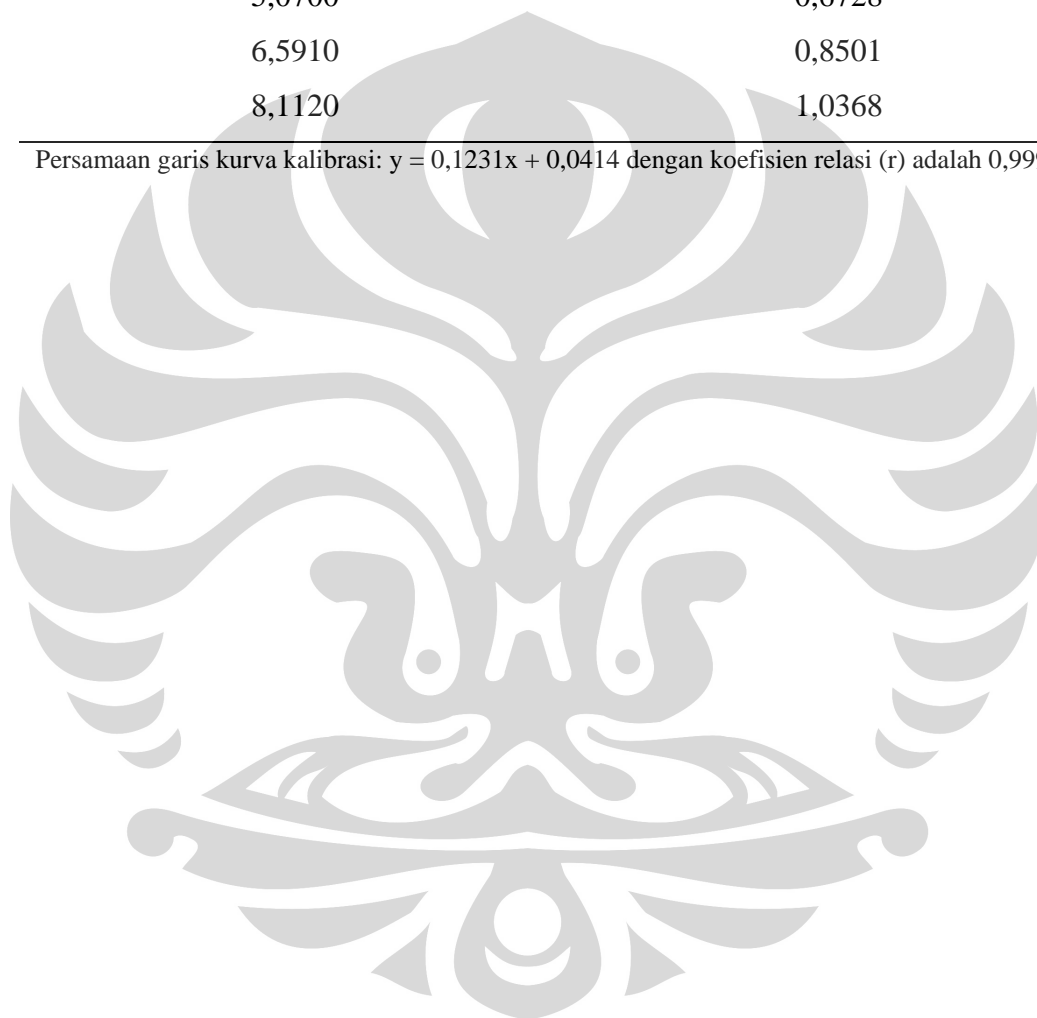
Konsentrasi (ppb)	Serapan
10,1	0,0065
40,5	0,0252
70,9	0,0446
101,3	0,0627
131,7	0,0805
162,1	0,1006

Persamaan garis kurva kalibrasi: $y = 0,0006151 x + 0,000387$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99988.

Tabel 4.3 Data serapan tembaga

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,5070	0,0990
2,0280	0,2920
3,5490	0,4814
5,0700	0,6728
6,5910	0,8501
8,1120	1,0368

Persamaan garis kurva kalibrasi: $y = 0,1231x + 0,0414$ dengan koefisien relasi (r) adalah 0,99991



Tabel 4.4 Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) timbal

Konsentrasi (ppm)	Serapan	y_i	$(y-y_i)^2$
0,1020	0,0027	0,0028	$1,1789 \times 10^{-8}$
0,5100	0,0130	0,0130	$1,3779 \times 10^{-9}$
0,9180	0,0233	0,0231	$3,3422 \times 10^{-8}$
1,3260	0,0331	0,0333	$2,9408 \times 10^{-8}$
1,7340	0,0437	0,0434	$7,5190 \times 10^{-8}$
2,1420	0,0534	0,0536	$3,2435 \times 10^{-8}$
Jumlah			$1,8362 \times 10^{-7}$

Keterangan:

$$S(y/x) = 2,1426 \times 10^{-4}$$

$$V_{x0} = 0,77 \%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 25,8 \text{ ppb}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 86,1 \text{ ppb}$$

Tabel 4.5 Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)
kadmium

Konsentrasi (ppb)	Serapan	y_i	$(y-y_i)^2$
10,1	0,0065	0,0066	$9,9022 \times 10^{-9}$
40,5	0,0252	0,0253	$9,7121 \times 10^{-9}$
70,9	0,0446	0,0440	$3,6290 \times 10^{-7}$
101,3	0,0627	0,0627	$1,1357 \times 10^{-11}$
131,7	0,0805	0,0814	$8,0222 \times 10^{-7}$
162,1	0,1006	0,1001	$2,5532 \times 10^{-7}$
Jumlah			$1,4401 \times 10^{-6}$

Keterangan:

$$S(y/x) = 6,0001 \times 10^{-4}$$

$$V_{x0} = 1,13 \%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 2,9 \text{ ppb}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 9,7 \text{ ppb}$$

Tabel 4.6 Hasil penetapan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)
tembaga

Konsentrasi (ppm)	Serapan	y_i	$(y-y_i)^2$
0,5070	0,0990	0,1038	$2,3152 \times 10^{-5}$
2,0280	0,2920	0,2910	$9,0859 \times 10^{-7}$
3,5490	0,4814	0,4783	$9,7225 \times 10^{-6}$
5,0700	0,6728	0,6655	$5,3042 \times 10^{-5}$
6,5910	0,8501	0,8527	$7,0336 \times 10^{-6}$
8,1120	1,0368	1,0400	$1,0158 \times 10^{-8}$
Jumlah			$1,0402 \times 10^{-4}$

Keterangan:

$$S(y/x) = 5,0994 \times 10^{-4}$$

$$V_{x0} = 0,10 \%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 124,3 \text{ ppb}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 414,2 \text{ ppb}$$

Tabel 4.7 Hasil uji presisi timbal pada hati ayam broiler jantan

Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppm)	\bar{x} (ppm)	SD	KV (%)
0,1020	0,2423	0,0086	0,3345	0,0922	0,0954	0,0066	6,89
		0,0089	0,3465	0,1042			
		0,0085	0,3305	0,0882			
		0,0088	0,3425	0,1002			
		0,0086	0,3345	0,0922			
1,3260		0,0382	1,5238	1,2815	1,2502	0,0236	1,89
		0,0371	1,4796	1,2373			
		0,0379	1,5117	1,2694			
		0,0370	1,4756	1,2333			
		0,0369	1,4716	1,2293			
2,1420		0,0592	2,3676	2,1253	2,1181	0,0208	0,98
		0,0583	2,3314	2,0891			
		0,0596	2,3837	2,1414			
		0,0587	2,3475	2,1052			
		0,0593	2,3716	2,1293			

Tabel 4.8 Hasil uji presisi timbal pada hati ayam broiler betina

Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppm)	\bar{x} (ppm)	SD	KV (%)
0,1020	0,2744	0,0097	0,3787	0,1043	0,0922	0,0090	9,74
		0,0094	0,3664	0,0920			
		0,0093	0,3626	0,0882			
		0,0091	0,3546	0,0802			
		0,0095	0,3706	0,0962			
1,3260		0,0392	1,5640	1,2896	1,2896	0,0166	1,29
		0,0397	1,5841	1,3097			
		0,0387	1,5439	1,2695			
		0,0389	1,5519	1,2775			
		0,0395	1,5760	1,3016			
2,1420		0,0594	2,3756	2,1012	2,1269	0,0282	1,33
		0,0596	2,3837	2,1093			
		0,0601	2,4037	2,1293			
		0,0599	2,3957	2,1213			
		0,0612	2,4479	2,1735			

Tabel 4.9 Hasil uji presisi timbal pada hati ayam kampung jantan

Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppm)	\bar{x} (ppm)	SD	KV (%)
0,1020	0,1539	0,0064	0,2463	0,0924	0,0994	0,0051	5,18
		0,0067	0,2581	0,1042			
		0,0066	0,2541	0,1002			
		0,0065	0,2501	0,0962			
		0,0067	0,2581	0,1042			
1,3260		0,0361	1,4394	1,2855	1,2424	0,0296	2,38
		0,0350	1,3952	1,2413			
		0,0353	1,4073	1,2534			
		0,0345	1,3754	1,2215			
		0,0342	1,3633	1,2094			
2,1420		0,0545	2,1787	2,0248	2,0867	0,0561	2,69
		0,0561	2,2430	2,0891			
		0,0577	2,3073	2,1534			
		0,0571	2,2832	2,1293			
		0,0548	2,1908	2,0369			

Tabel 4.10 Hasil uji presisi timbal pada hati ayam kampung betina

Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppm)	\bar{x} (ppm)	SD	KV (%)
0,1020	0,7526	0,0215	0,8528	0,1002	0,0929	0,0052	5,62
		0,0212	0,8407	0,0881			
		0,0214	0,8485	0,0959			
		0,0212	0,8407	0,0881			
		0,0213	0,8447	0,0921			
1,3260		0,0512	2,0461	1,2935	1,2951	0,0296	2,29
		0,0516	2,0622	1,3096			
		0,0501	2,0019	1,2493			
		0,0521	2,0823	1,3297			
		0,0512	2,0461	1,2935			
2,1420		0,0683	2,7332	1,9806	2,0095	0,0310	1,54
		0,0700	2,8015	2,0489			
		0,0695	2,7814	2,0288			
		0,0682	2,7292	1,9766			
		0,0691	2,7654	2,0128			

Tabel 4.11 Hasil uji presisi kadmium pada hati ayam broiler jantan

Konsentrasi (ppb)	Konsentrasi sampel (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppb)	\bar{x} (ppb)	SD	KV (%)
10,1	15,0	0,0159	25,2	10,2	9,9	0,0009	9,15
		0,0149	23,6	8,6			
		0,0154	24,4	9,4			
		0,0160	25,4	10,4			
		0,0162	25,7	10,9			
101,3		0,0725	117,2	102,2	101,5	0,0011	1,07
		0,0723	116,9	101,9			
		0,0728	117,7	102,7			
		0,0711	115,0	100,0			
		0,0717	115,9	100,9			
162,1		0,1088	176,3	161,3	158,7	0,0024	1,49
		0,1068	173,0	158,0			
		0,1051	170,2	155,2			
		0,1071	173,5	158,5			
		0,1083	175,4	160,4			

Tabel 4.12 Hasil uji presisi kadmium pada hati ayam broiler betina

Konsentrasi (ppb)	Konsentrasi sampel (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppb)	\bar{x} (ppb)	SD	KV (%)
10,1	40,7	0,0316	50,7	10,0	9,9	0,0003	3,31
		0,0315	50,6	9,9			
		0,0317	50,9	10,2			
		0,0317	50,9	10,2			
		0,0312	50,1	9,4			
101,3		0,0843	136,4	95,7	95,6	0,0021	2,20
		0,0835	135,1	94,4			
		0,0854	138,2	97,5			
		0,0825	133,5	92,8			
		0,0856	138,5	97,8			
162,1		0,1233	199,8	159,1	161,1	0,0020	1,24
		0,1258	203,9	163,2			
		0,1250	202,6	161,9			
		0,1231	199,5	158,8			
		0,1253	203,1	162,4			

Tabel 4.13 Hasil uji presisi kadmium pada hati ayam kampung jantan

Konsentrasi (ppb)	Konsentrasi sampel (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppb)	\bar{x} (ppb)	SD	KV (%)
10,1	74,5	0,0528	85,2	10,7	10,2	0,0006	6,09
		0,0520	83,9	9,4			
		0,0526	84,9	10,4			
		0,0521	84,1	9,6			
		0,0528	85,2	10,7			
101,3		0,1058	171,4	96,9	100,5	0,0025	2,49
		0,1101	178,4	103,9			
		0,1080	174,9	100,4			
		0,1084	175,6	101,1			
		0,1078	174,6	100,1			
162,1		0,1420	230,2	155,7	159,3	0,0026	1,64
		0,1456	236,1	161,6			
		0,1444	234,1	159,6			
		0,1433	232,3	157,8			
		0,1458	236,4	161,9			

Tabel 4.14 Hasil uji presisi kadmium pada hati ayam kampung betina

Konsentrasi (ppb)	Konsentrasi sampel (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppb)	\bar{x} (ppb)	SD	KV (%)
10,1	101,6	0,0691	111,7	10,1	9,6	0,0008	8,26
		0,0684	110,6	9,0			
		0,0681	110,1	8,5			
		0,0689	111,4	9,8			
		0,0693	112,0	10,4			
101,3		0,1237	200,5	98,9	101,6	0,0020	1,95
		0,1270	205,8	104,2			
		0,1253	203,1	101,5			
		0,1249	202,4	100,8			
		0,1260	204,2	102,6			
162,1		0,1631	264,5	162,9	164,3	0,0027	1,66
		0,1617	262,2	160,6			
		0,1661	269,4	167,8			
		0,1644	266,6	165,0			
		0,1646	267,0	165,4			

Tabel 4.15 Hasil uji presisi tembaga pada hati ayam broiler jantan

Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppm)	\bar{x} (ppm)	SD	KV (%)
0,5070	2,0041	0,3460	2,4744	0,4703	0,4578	0,0210	4,58
		0,3447	2,4638	0,4597			
		0,3418	2,4403	0,4362			
		0,3420	2,4419	0,4378			
		0,3478	2,4890	0,4849			
5,0700		0,9731	7,5686	5,5645	5,2290	0,2903	5,55
		0,9687	7,5329	5,5288			
		0,9067	7,0292	5,0251			
		0,9052	7,0171	5,0130			
		0,9053	7,0179	5,0138			
8,1120		1,3211	10,3956	8,3915	7,8770	0,6437	8,17
		1,3126	10,3266	8,3225			
		1,3124	10,3249	8,3208			
		1,1807	9,2551	7,2510			
		1,1620	9,1032	7,0991			

Tabel 4.16 Hasil uji presisi tembaga pada hati ayam broiler betina

Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppm)	\bar{x} (ppm)	SD	KV (%)
0,5070	3,9318	0,5829	4,3989	0,4671	0,4497	0,0212	4,72
		0,5775	4,3550	0,4232			
		0,5838	4,4062	0,4744			
		0,5805	4,3794	0,4476			
		0,5791	4,3680	0,4362			
5,0700		1,1047	8,6377	4,7059	4,6698	0,0724	1,55
		1,0921	8,5353	4,6035			
		1,0968	8,5735	4,6417			
		1,0940	8,5508	4,6190			
		1,1137	8,7108	4,7790			
8,1120		1,4969	11,8237	7,8919	7,8388	0,1162	1,48
		1,4843	11,7214	7,7896			
		1,4687	11,5946	7,6628			
		1,4962	11,8180	7,8862			
		1,5057	11,8952	7,9634			

Tabel 4.17 Hasil uji presisi tembaga pada hati ayam kampung jantan

Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppm)	\bar{x} (ppm)	SD	KV (%)
0,5070	2,2104	0,3692	2,6629	0,4525	0,4488	0,0086	1,91
		0,3675	2,6491	0,4387			
		0,3684	2,6564	0,4460			
		0,3683	2,6556	0,4452			
		0,3703	2,6718	0,4614			
5,0700		0,9167	7,1105	4,9001	4,4876	0,2471	5,51
		0,8376	6,4679	4,2575			
		0,8508	6,5751	4,3647			
		0,8566	6,6223	4,4119			
		0,8679	6,7141	4,5037			
8,1120		1,1158	8,7279	6,5175	7,2091	0,4040	5,60
		1,2138	9,5240	7,3136			
		1,2031	9,4370	7,2266			
		1,2331	9,6807	7,4703			
		1,2389	9,7279	7,5175			

Tabel 4.18 Hasil uji presisi tembaga pada hati ayam kampung betina

Konsentrasi (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi pengukuran – konsentrasi sampel (ppm)	\bar{x} (ppm)	SD	KV (%)
0,5070	4,6921	0,6757	5,1527	0,4606	0,4447	0,0128	2,88
		0,6744	5,1422	0,4501			
		0,6716	5,1194	0,4273			
		0,6728	5,1292	0,4371			
		0,6742	5,1405	0,4484			
5,0700		1,2265	9,6271	4,9350	5,0595	0,0787	1,56
		1,2401	9,7376	5,0455			
		1,2513	9,8286	5,1365			
		1,2425	9,7571	5,0650			
		1,2487	9,8075	5,1154			
8,1120		1,5654	12,3802	7,6881	7,6936	0,2010	2,61
		1,5911	12,5889	7,8968			
		1,5759	12,4655	7,7734			
		1,5251	12,0528	7,3607			
		1,5729	12,4411	7,7490			

Tabel 4.19 Hasil uji perolehan kembali timbal pada hati ayam broiler jantan

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,1020	0,0027	-	-	0,0976	94,47
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0086	-	0,3345	-	
	0,0027	-	-	0,0976	106,76
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0089	-	0,3465	-	
	0,0027	-	-	0,0976	90,37
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0085	-	0,3305	-	
	0,0027	-	-	0,0976	102,66
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0088	-	0,3425	-	
	0,0027	-	-	0,0976	94,47
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0086	-	0,3345	-	
1,3260	0,0331	-	-	1,3191	97,15
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0382	-	1,5238	-	
	0,0331	-	-	1,3191	93,80
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0371	-	1,4796	-	
	0,0331	-	-	1,3191	96,23
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0379	-	1,5117	-	
	0,0331	-	-	1,3191	93,50
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0370	-	1,4756	-	
	0,0331	-	-	1,3191	93,19
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0369	-	1,4716	-	
2,1420	0,0534	-	-	2,1348	99,55
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0592	-	2,3676	-	
	0,0534	-	-	2,1348	97,86
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0583	-	2,3314	-	
	0,0534	-	-	2,1348	100,31
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0596	-	2,3837	-	
	0,0534	-	-	2,1348	98,61
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0587	-	2,3475	-	
	0,0534	-	-	2,1348	99,74
	0,0063	0,2423	-	-	
	0,0593	-	2,3716	-	

Tabel 4.20 Hasil uji perolehan kembali timbal pada hati ayam broiler betina

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,1020	0,0027	-	-	0,0976	106,86
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0097	-	0,3787	-	
	0,0027	-	-	0,0976	94,26
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0094	-	0,3664	-	
	0,0027	-	-	0,0976	90,37
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0093	-	0,3626	-	
	0,0027	-	-	0,0976	82,17
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0091	-	0,3546	-	
1,3260	0,0027	-	-	0,0976	98,57
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0095	-	0,3706	-	
	0,0331	-	-	1,3191	97,76
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0392	-	1,5640	-	
	0,0331	-	-	1,3191	99,29
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0397	-	1,5841	-	
	0,0331	-	-	1,3191	96,24
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0387	-	1,5439	-	
2,1420	0,0331	-	-	1,3191	96,85
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0389	-	1,5519	-	
	0,0331	-	-	1,3191	98,67
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0395	-	1,5760	-	
	0,0534	-	-	2,1348	98,43
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0594	-	2,3756	-	
	0,0534	-	-	2,1348	98,80
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0596	-	2,3837	-	
2,1420	0,0534	-	-	2,1348	99,74
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0601	-	2,4037	-	
	0,0534	-	-	2,1348	99,37
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0599	-	2,3957	-	
	0,0534	-	-	2,1348	101,81
	0,0071	0,2744	-	-	
	0,0612	-	2,4479	-	

Tabel 4.21 Hasil uji perolehan kembali timbal pada hati ayam kampung jantan

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,1020	0,0027	-	-	0,0976	94,67
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0064	-	0,2463	-	
	0,0027	-	-	0,0976	106,76
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0067	-	0,2581	-	
	0,0027	-	-	0,0976	102,66
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0066	-	0,2541	-	
	0,0027	-	-	0,0976	98,57
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0065	-	0,2501	-	
	0,0027	-	-	0,0976	106,76
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0067	-	0,2581	-	
1,3260	0,0331	-	-	1,3191	97,45
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0361	-	1,4394	-	
	0,0331	-	-	1,3191	94,10
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0350	-	1,3952	-	
	0,0331	-	-	1,3191	95,02
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0353	-	1,4073	-	
	0,0331	-	-	1,3191	92,60
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0345	-	1,3754	-	
	0,0331	-	-	1,3191	91,68
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0342	-	1,3633	-	
2,1420	0,0534	-	-	2,1348	94,85
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0545	-	2,1787	-	
	0,0534	-	-	2,1348	97,86
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0561	-	2,2430	-	
	0,0534	-	-	2,1348	100,87
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0577	-	2,3073	-	
	0,0534	-	-	2,1348	99,74
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0571	-	2,2832	-	
	0,0534	-	-	2,1348	95,41
	0,0041	0,1539	-	-	
	0,0548	-	2,1908	-	

Tabel 4.22 Hasil uji perolehan kembali timbal pada hati ayam kampung betina

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,1020	0,0027	-	-	0,0976	102,66
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0215	-	0,8528	-	
	0,0027	-	-	0,0976	90,27
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0212	-	0,8407	-	
	0,0027	-	-	0,0976	98,26
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0214	-	0,8485	-	
	0,0027	-	-	0,0976	90,27
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0212	-	0,8407	-	
	0,0027	-	-	0,0976	94,36
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0213	-	0,8447	-	
1,3260	0,0331	-	-	1,3191	98,06
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0512	-	2,0461	-	
	0,0331	-	-	1,3191	99,28
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0516	-	2,0622	-	
	0,0331	-	-	1,3191	94,71
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0501	-	2,0019	-	
	0,0331	-	-	1,3191	100,80
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0521	-	2,0823	-	
	0,0331	-	-	1,3191	98,06
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0512	-	2,0461	-	
2,1420	0,0534	-	-	2,1348	92,78
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0683	-	2,7332	-	
	0,0534	-	-	2,1348	95,98
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0700	-	2,8015	-	
	0,0534	-	-	2,1348	95,03
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0695	-	2,7814	-	
	0,0534	-	-	2,1348	92,59
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0682	-	2,7292	-	
	0,0534	-	-	2,1348	94,28
	0,0190	0,7526	-	-	
	0,0691	-	2,7654	-	

Tabel 4.23 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada hati ayam broiler jantan

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppb)	C ₂ (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
10,1	0,0065	-	-	9,9	103,03
	0,0096	15,0	-	-	
	0,0159	-	25,2	-	
	0,0065	-	-	9,9	86,87
	0,0096	15,0	-	-	
	0,0149	-	23,6	-	
	0,0065	-	-	9,9	94,95
	0,0096	15,0	-	-	
	0,0154	-	24,4	-	
	0,0065	-	-	9,9	105,05
	0,0096	15,0	-	-	
	0,0160	-	25,4	-	
0,0065	-	-	9,9	108,08	
0,0096	15,0	-	-		
0,0162	-	25,7	-		
101,3	0,0627	-	-	101,3	100,89
	0,0096	15,0	-	-	
	0,0725	-	117,2	-	
	0,0627	-	-	101,3	100,59
	0,0096	15,0	-	-	
	0,0723	-	116,9	-	
	0,0627	-	-	101,3	101,38
	0,0096	15,0	-	-	
	0,0728	-	117,7	-	
	0,0627	-	-	101,3	98,72
	0,0096	15,0	-	-	
	0,0711	-	115,0	-	
0,0627	-	-	101,3	99,60	
0,0096	15,0	-	-		
0,0717	-	115,9	-		
162,1	0,1006	-	-	162,9	99,02
	0,0096	15,0	-	-	
	0,1088	-	176,3	-	
	0,1006	-	-	162,9	96,99
	0,0096	15,0	-	-	
	0,1068	-	173,0	-	
	0,1006	-	-	162,9	95,30
	0,0096	15,0	-	-	
	0,1051	-	170,2	-	
	0,1006	-	-	162,9	97,30
	0,0096	15,0	-	-	
	0,1071	-	173,5	-	
0,1006	-	-	162,9	98,46	
0,0096	15,0	-	-		
0,1083	-	175,4	-		

Tabel 4.24 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada hati ayam broiler betina

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppb)	C ₂ (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
10,1	0,0065	-	-	9,9	101,01
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0316	-	50,7	-	
	0,0065	-	-	9,9	100,00
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0315	-	50,6	-	
	0,0065	-	-	9,9	103,03
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0317	-	50,9	-	
	0,0065	-	-	9,9	103,03
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0317	-	50,9	-	
101,3	0,0065	-	-	9,9	94,95
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0312	-	50,1	-	
	0,0627	-	-	101,3	94,47
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0843	-	136,4	-	
	0,0627	-	-	101,3	93,19
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0835	-	135,1	-	
	0,0627	-	-	101,3	98,24
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0854	-	138,2	-	
162,1	0,0627	-	-	101,3	91,16
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0825	-	133,5	-	
	0,0627	-	-	101,3	96,54
	0,0254	40,7	-	-	
	0,0856	-	138,5	-	
	0,1006	-	-	162,9	97,66
	0,0254	40,7	-	-	
	0,1233	-	199,8	-	
	0,1006	-	-	162,9	100,18
	0,0254	40,7	-	-	
	0,1258	-	203,9	-	
162,1	0,1006	-	-	162,9	99,39
	0,0254	40,7	-	-	
	0,1250	-	202,6	-	
	0,1006	-	-	162,9	97,48
	0,0254	40,7	-	-	
	0,1231	-	199,5	-	
	0,1006	-	-	162,9	99,69
	0,0254	40,7	-	-	
	0,1253	-	203,1	-	

Tabel 4.25 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada hati ayam kampung jantan

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppb)	C ₂ (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
10,1	0,0065	-	-	9,9	108,08
	0,0462	74,5	-	-	
	0,0528	-	85,2	-	
	0,0065	-	-	9,9	94,95
	0,0462	74,5	-	-	
	0,0520	-	83,9	-	
	0,0065	-	-	9,9	105,05
	0,0462	74,5	-	-	
	0,0526	-	84,9	-	
	0,0065	-	-	9,9	96,97
	0,0462	74,5	-	-	
	0,0521	-	84,1	-	
101,3	0,0065	-	-	9,9	108,08
	0,0462	74,5	-	-	
	0,0528	-	85,2	-	
	0,0627	-	-	101,3	97,88
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1058	-	171,4	-	
	0,0627	-	-	101,3	102,57
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1101	-	178,4	-	
	0,0627	-	-	101,3	99,11
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1080	-	174,9	-	
162,1	0,0627	-	-	101,3	99,80
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1084	-	175,6	-	
	0,0627	-	-	101,3	98,81
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1078	-	174,6	-	
	0,1006	-	-	162,9	95,58
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1420	-	230,2	-	
	0,1006	-	-	162,9	99,20
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1456	-	236,1	-	
162,1	0,1006	-	-	162,9	97,97
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1444	-	234,1	-	
	0,1006	-	-	162,9	96,87
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1433	-	232,3	-	
	0,1006	-	-	162,9	99,39
	0,0462	74,5	-	-	
	0,1458	-	236,4	-	

Tabel 4.26 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada hati ayam kampung betina

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppb)	C ₂ (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
10,1	0,0065	-	-	9,9	102,02
	0,0629	101,6	-	-	
	0,0691	-	111,7	-	
	0,0065	-	-	9,9	90,91
	0,0629	101,6	-	-	
	0,0684	-	110,6	-	
	0,0065	-	-	9,9	85,86
	0,0629	101,6	-	-	
	0,0681	-	110,1	-	
	0,0065	-	-	9,9	105,05
	0,0629	101,6	-	-	
	0,0693	-	112,0	-	
	0,0065	-	-	9,9	98,99
	0,0629	101,6	-	-	
	0,0689	-	111,4	-	
101,3	0,0627	-	-	101,3	97,63
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1237	-	200,5	-	
	0,0627	-	-	101,3	102,86
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1270	-	205,8	-	
	0,0627	-	-	101,3	100,20
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1253	-	203,1	-	
	0,0627	-	-	101,3	99,51
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1249	-	202,4	-	
	0,0627	-	-	101,3	101,28
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1260	-	204,2	-	
162,1	0,1006	-	-	162,9	100,00
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1631	-	264,5	-	
	0,1006	-	-	162,9	98,59
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1617	-	262,2	-	
	0,1006	-	-	162,9	103,01
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1661	-	269,4	-	
	0,1006	-	-	162,9	101,29
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1644	-	266,6	-	
	0,1006	-	-	162,9	101,53
	0,0629	101,6	-	-	
	0,1646	-	267,0	-	

Tabel 4.27 Hasil uji perolehan kembali tembaga pada hati ayam broiler jantan

Konsentrasi (ppb)	Serapan	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,5070	0,0990	-	-	0,4679	100,51
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,3460	-	2,4744	-	
	0,0990	-	-	0,4679	98,26
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,3447	-	2,4638	-	
	0,0990	-	-	0,4679	93,22
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,3418	-	2,4403	-	
	0,0990	-	-	0,4679	93,57
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,3420	-	2,4419	-	
	0,0990	-	-	0,4679	103,63
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,3478	-	2,4890	-	
5,0700	0,6728	-	-	5,1292	108,49
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,9731	-	7,5686	-	
	0,6728	-	-	5,1292	107,78
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,9687	-	7,5329	-	
	0,6728	-	-	5,1292	97,97
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,9067	-	7,0292	-	
	0,6728	-	-	5,1292	97,73
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,9052	-	7,0171	-	
	0,6728	-	-	5,1292	97,75
	0,2881	2,0041	-	-	
	0,9053	-	7,0179	-	
8,1120	1,0368	-	-	8,0861	103,78
	0,2881	2,0041	-	-	
	1,3211	-	10,3956	-	
	1,0368	-	-	8,0861	102,92
	0,2881	2,0041	-	-	
	1,3126	-	10,3266	-	
	1,0368	-	-	8,0861	102,90
	0,2881	2,0041	-	-	
	1,3124	-	10,3249	-	
	1,0368	-	-	8,0861	89,67
	0,2881	2,0041	-	-	
	1,1807	-	9,2551	-	
	1,0368	-	-	8,0861	89,30
	0,2881	2,0041	-	-	
	1,1620	-	9,1032	-	

Tabel 4.28 Hasil uji perolehan kembali tembaga pada hati ayam broiler betina

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,5070	0,0990	-	-	0,4679	99,82
	0,5254	3,9318	-	-	
	0,5829	-	4,3989	-	
	0,0990	-	-	0,4679	90,45
	0,5254	3,9318	-	-	
	0,5775	-	4,3550	-	
	0,0990	-	-	0,4679	101,38
	0,5254	3,9318	-	-	
	0,5838	-	4,4062	-	
5,0700	0,0990	-	-	0,4679	95,66
	0,5254	3,9318	-	-	
	0,5805	-	4,3794	-	
	0,0990	-	-	0,4679	93,22
	0,5254	3,9318	-	-	
	0,5791	-	4,3680	-	
	0,6728	-	-	5,1292	91,75
	0,5254	3,9318	-	-	
	1,1047	-	8,6377	-	
8,1120	0,6728	-	-	5,1292	89,75
	0,5254	3,9318	-	-	
	1,0921	-	8,5353	-	
	0,6728	-	-	5,1292	90,50
	0,5254	3,9318	-	-	
	1,0968	-	8,5735	-	
	0,6728	-	-	5,1292	93,17
	0,5254	3,9318	-	-	
	1,1137	-	8,7108	-	
	0,6728	-	-	5,1292	90,05
	0,5254	3,9318	-	-	
	1,0940	-	8,5508	-	
	1,0368	-	-	8,0861	97,60
	0,5254	3,9318	-	-	
	1,4969	-	11,8237	-	
1,0368	-	-	8,0861	96,33	
0,5254	3,9318	-	-		
1,4843	-	11,7214	-		
1,0368	-	-	8,0861	94,77	
0,5254	3,9318	-	-		
1,4687	-	11,5946	-		
1,0368	-	-	8,0861	97,53	
0,5254	3,9318	-	-		
1,4962	-	11,8180	-		
1,0368	-	-	8,0861	98,48	
0,5254	3,9318	-	-		
1,5057	-	11,8952	-		

Tabel 4.29 Hasil uji perolehan kembali tembaga pada hati ayam kampung jantan

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,5070	0,0990	-	-	0,4679	96,71
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,3692	-	2,6629	-	
	0,0990	-	-	0,4679	93,75
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,3675	-	2,6491	-	
	0,0990	-	-	0,4679	95,31
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,3684	-	2,6564	-	
	0,0990	-	-	0,4679	95,15
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,3683	-	2,6556	-	
	0,0990	-	-	0,4679	98,61
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,3703	-	2,6718	-	
5,0700	0,6728	-	-	5,1292	95,53
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,9167	-	7,1105	-	
	0,6728	-	-	5,1292	83,00
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,8376	-	6,4679	-	
	0,6728	-	-	5,1292	85,09
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,8508	-	6,5751	-	
	0,6728	-	-	5,1292	86,01
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,8566	-	6,6223	-	
	0,6728	-	-	5,1292	87,80
	0,3135	2,2104	-	-	
	0,8679	-	6,7141	-	
8,1120	1,0368	-	-	8,0861	80,60
	0,3135	2,2104	-	-	
	1,1158	-	8,7279	-	
	1,0368	-	-	8,0861	90,45
	0,3135	2,2104	-	-	
	1,2138	-	9,5240	-	
	1,0368	-	-	8,0861	89,37
	0,3135	2,2104	-	-	
	1,2031	-	9,4370	-	
	1,0368	-	-	8,0861	92,38
	0,3135	2,2104	-	-	
	1,2331	-	9,6807	-	
	1,0368	-	-	8,0861	92,97
	0,3135	2,2104	-	-	
	1,2389	-	9,7279	-	

Tabel 4.30 Hasil uji perolehan kembali tembaga pada hati ayam kampung betina

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C ₁ (ppm)	C ₂ (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,5070	0,0990	-	-	0,4679	98,44
	0,6190	4,6921	-	-	
	0,6757	-	5,1527	-	
	0,0990	-	-	0,4679	96,19
	0,6190	4,6921	-	-	
	0,6744	-	5,1422	-	
	0,0990	-	-	0,4679	91,33
	0,6190	4,6921	-	-	
	0,6716	-	5,1194	-	
	0,0990	-	-	0,4679	93,42
	0,6190	4,6921	-	-	
	0,6728	-	5,1292	-	
	0,0990	-	-	0,4679	95,83
	0,6190	4,6921	-	-	
	0,6742	-	5,1405	-	
5,0700	0,6728	-	-	5,1292	96,21
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,2265	-	9,6271	-	
	0,6728	-	-	5,1292	98,37
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,2401	-	9,7376	-	
	0,6728	-	-	5,1292	100,14
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,2513	-	9,8286	-	
	0,6728	-	-	5,1292	98,75
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,2425	-	9,7571	-	
	0,6728	-	-	5,1292	99,73
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,2487	-	9,8075	-	
8,1120	1,0368	-	-	8,0861	95,08
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,5654	-	12,3802	-	
	1,0368	-	-	8,0861	97,66
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,5911	-	12,5889	-	
	1,0368	-	-	8,0861	96,13
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,5759	-	12,4655	-	
	1,0368	-	-	8,0861	91,03
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,5251	-	12,0528	-	
	1,0368	-	-	8,0861	95,83
	0,6190	4,6921	-	-	
	1,5729	-	12,4411	-	

Tabel 4.31 Hasil persentase susut pengeringan sampel

Sampel	Bobot basah (gram)	Bobot kering (gram)	persentase susut pengeringan (%)
Hati ayam broiler jantan	80	21	73,75
Hati ayam broiler betina	69	18	73,91
Hati ayam kampung jantan	134	34	74,63
Hati ayam kampung betina	67	17	74,63

Tabel 4.32 Hasil penentuan kadar timbal dalam hati ayam broiler dan ayam kampung

Sampel	Serapan	Kadar (ppm)	Berat (gram)	Kadar timbal dalam sampel (bobot kering) (mg/kg)	persentase susut pengeringan (%)	Kadar timbal dalam sampel (bobot basah) (mg/kg)	Kadar timbal rata-rata dalam sampel \pm SD (mg/kg)
hati ayam broiler	0,0063	0,2423	2,0438	1,1855	73,75	0,3112	0,2582 \pm
	0,0050	0,1900	2,0535	0,9252		0,2429	0,0472
	0,0045	0,1700	2,0232	0,8402		0,2205	
hati ayam broiler betina	0,0071	0,2744	2,0772	1,3210	73,91	0,3446	0,2798 \pm
	0,0051	0,1941	2,0745	0,9356		0,2441	0,0562
	0,0051	0,1941	2,0209	0,9605		0,2506	
hati ayam kampung	0,0044	0,1659	2,0423	0,8123	74,63	0,2061	0,2039 \pm
	0,0041	0,1539	2,0335	0,7568		0,1920	0,0110
	0,0046	0,1740	2,0657	0,8423		0,2137	
hati ayam kampung betina	0,0190	0,7526	2,0150	3,7350	74,63	0,9476	0,9454 \pm
	0,0223	0,8852	2,0215	4,3789		1,1109	0,1666
	0,0156	0,6160	2,0093	3,0657		0,7777	

Tabel 4.33 Hasil penentuan kadar kadmium dalam hati ayam broiler dan ayam kampung

Sampel hati ayam	Serapan	Kadar (ppb)	Berat (gram)	Kadar kadmium dalam sampel (bobot kering) (mg/kg)	persentase susut pengeringan (%)	Kadar kadmium dalam sampel (bobot basah) (mg/kg)	Kadar kadmium rata-rata dalam sampel \pm SD (mg/kg)
broiler jantan	0,0096	15,0	2,0438	0,0818	73,75	0,0215	0,0208 \pm
	0,0109	17,1	2,0535	0,0833		0,0219	
broiler betina	0,0094	14,6	2,0232	0,0722	73,91	0,0189	0,0551 \pm
	0,0254	40,7	2,0772	0,1959		0,0511	
kampung jantan	0,0345	55,5	2,0745	0,2675	74,63	0,0698	0,0896 \pm
	0,0215	34,3	2,0209	0,1697		0,0443	
kampung betina	0,0425	68,5	2,0423	0,3354	74,63	0,0851	0,1239 \pm
	0,0458	73,8	2,0335	0,3629		0,0921	
kampung betina	0,0462	74,5	2,0657	0,3606	74,63	0,0915	0,1045
	0,0629	101,6	2,0150	0,5042		0,1279	
kampung betina	0,0687	111,1	2,0215	0,5496	74,63	0,1394	0,1045
	0,0513	82,8	2,0093	0,4121		0,1045	

Tabel 4.34 Hasil penentuan kadar tembaga dalam hati ayam broiler dan ayam kampung

Sampel hati ayam	Serapan	Kadar (ppm)	Berat (gram)	Kadar tembaga dalam sampel (bobot kering) (mg/kg)	persentase susut pengeringan (%)	Kadar tembaga dalam sampel (bobot basah) (mg/kg)	Kadar tembaga rata-rata dalam sampel \pm SD (mg/kg)	
broiler jantan	0,2881	2,0041	2,0438	9,8057	73,75	2,5740	2,5738 \pm	
	0,3002	2,1024	2,0535	10,2381		2,6875		0,1137
	0,2748	1,8960	2,0232	9,3713		2,4600		
broiler betina	0,5436	4,0796	2,0772	19,6399	73,91	5,1240	4,7766 \pm	
	0,5254	3,9318	2,0745	18,9530		4,9448		0,4554
	0,4477	3,3006	2,0209	16,3323		4,2611		
kampung jantan	0,3135	2,2104	2,0423	10,8231	74,63	2,7458	2,7829 \pm	
	0,3070	2,1576	2,0335	10,6103		2,6918		0,1143
	0,3332	2,3704	2,0657	11,4750		2,9112		
kampung betina	0,6393	4,8570	2,0150	24,1042	74,63	6,1152	6,3611 \pm	
	0,7323	5,6125	2,0215	27,7640		7,0437		0,5988
	0,6190	4,6921	2,0093	23,3519		5,9244		



Lampiran 1 Cara memperoleh persamaan garis linier

Persamaan garis $y = bx + a$

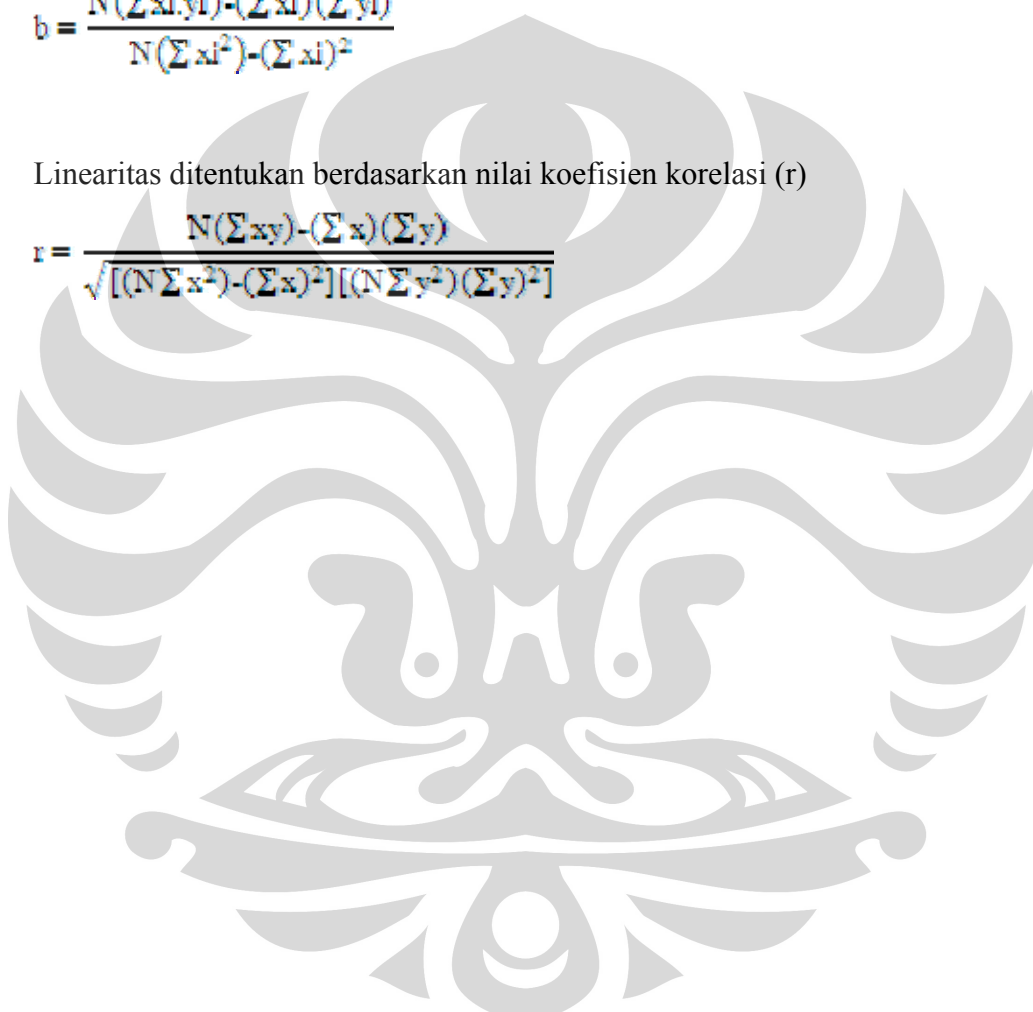
Untuk memperoleh nilai a dan b digunakan kuadrat terkecil (*least square*)

$$a = \frac{(\sum y_i)(\sum x_i^2) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{N(\sum x_i^2) - (\sum x_i)^2}$$

$$b = \frac{N(\sum x_i y_i) - (\sum x_i)(\sum y_i)}{N(\sum x_i^2) - (\sum x_i)^2}$$

Linearitas ditentukan berdasarkan nilai koefisien korelasi (r)

$$r = \frac{N(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)}{\sqrt{[(N\sum x^2) - (\sum x)^2][(N\sum y^2) - (\sum y)^2]}}$$



Lampiran 2 Cara perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{(\sum(y-y_i))^2}{n-2}}$$

$$V_{x0} = \frac{S_{y/x}}{b\bar{x}} \times 100\%$$

Batas deteksi : $LOD = \frac{3S_{y/x}}{b}$

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

Contoh :

Persamaan kurva kalibrasi timbal : $y = 0,02489x + 0,00028$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{(0,0027-0,0028)^2 + \dots + (0,0534-0,0536)^2}{6-2}} = 2,1426 \times 10^{-4}$$

$$V_{x0} = \frac{2,1426}{0,02489 \times 1,122} \times 100\% = 0,77\%$$

Batas deteksi timbal : $LOD = \frac{3 \times (2,1426 \times 10^{-4})}{0,02489}$

$$LOD = 25,8 \text{ ppb}$$

Batas kuantitasi timbal : $LOQ = \frac{10 \times (2,1426 \times 10^{-4})}{0,02489}$

$$LOQ = 86,1 \text{ ppb}$$

Lampiran 3 Cara perhitungan simpangan baku dan koefisien variasi

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$$

Konsentrasi rata-rata :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Simpangan baku :

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Koefisien variasi :

Contoh :

Hasil uji presisi timbal pada hati ayam broiler jantan dengan penambahan konsentrasi 1,3260 ppm

xi diperoleh dari hasil pengurangan konsentrasi pengukuran dengan konsentrasi sampel.

Konsentrasi pengukuran = 1,5238 ppm

Konsentrasi sampel = 0,2423 ppm

Maka, xi = 1,5238 ppm – 0,2423 ppm = 1,2815 ppm

$$\bar{x} = \frac{1,2815 + \dots + 1,2293}{5} = 1,2502$$

Konsentrasi rata-rata :

$$SD = \sqrt{\frac{(1,2815 - 1,2502)^2 + \dots + (1,2293 - 1,2502)^2}{5-1}} = 0,0236$$

Simpangan baku :

$$KV = \frac{0,0236}{1,2502} \times 100\% = 1,89\%$$

Koefisien variasi :

Lampiran 4 Cara perhitungan uji perolehan kembali

$$UPK = \frac{C_2 - C_1}{S} \times 100\%$$

Keterangan :

C_1 = konsentrasi sampel yang tidak ditambahkan dengan standar

C_2 = konsentrasi sampel yang ditambahkan dengan standar

S = konsentrasi standar yang ditambahkan

Contoh :

Konsentrasi timbal dalam hati ayam broiler jantan
yang tidak ditambahkan standar = 0,2423 ppm

Konsentrasi timbal dalam hati ayam broiler jantan
yang ditambahkan standar = 1,5238 ppm

Konsentrasi standar yang ditambahkan = 1,3191 ppm

Maka,

$$UPK = \frac{1,5238 - 0,2423}{1,3191} \times 100\% = 97,15\%$$

Lampiran 5 Cara perhitungan persentase susut pengeringan

$$\% \text{ susut pengeringan} = \frac{Bb - Ek}{Bb} \times 100\%$$

Keterangan :

Bb = bobot basah sampel (gram)

Bk = bobot kering sampel (gram)

Contoh :

Bobot basah sampel hati ayam broiler jantan = 80 gram

Bobot kering sampel hati ayam broiler jantan = 21 gram

Maka,

$$\% \text{ susut pengeringan} = \frac{80 - 21}{80} \times 100\% = 73,75\%$$

Lampiran 6 Cara perhitungan penetapan kadar

$$\text{kadar tembaga dalam sampel (bobot kering)} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{(C \times V)_{\text{sampel}}}{\text{berat sampel}}$$

$$\text{kadar logam dalam sampel (bobot basah)} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) =$$

$$\frac{\text{kadar logam dalam sampel (bobot kering)} \times (100 - \% \text{ susut pengeringan})}{100}$$

Contoh :

Berat sampel hati ayam broiler jantan = 2,0438 gram

Kadar timbal dalam sampel (C) = 0,2423 ppm

= 0,2423 $\mu\text{g/mL}$

Volume larutan sampel (V) = 10,0 mL

$$\text{kadar timbal dalam sampel (bobot kering)} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{0,2423 \frac{\mu\text{g}}{\text{mL}} \times 10,0 \text{ mL}}{2,0438 \text{ g}}$$

= 1,1855 $\mu\text{g/gram}$

= 1,1855 mg/kg

$$\text{kadar timbal dalam sampel (bobot basah)} \left(\frac{\text{mg}}{\text{kg}} \right) = \frac{1,1855 \times (100 - 73,75)}{100}$$

= 0,3112 mg/kg

Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 25.05.2010

1.19776.0500 Lead standard solution traceable to SRM from NIST
 Pb(NO₃)₂ in HNO₃ 0.5 mol/l 1000 mg/l Pb CertiPUR®

Batch HC752862

Batch Values

Concentration β (Pb) 1000 mg/l

*Determination method: Complexometric titration.
 (traceable to NIST - SRM 682)*

Accuracy of the method: +/- 2 mg/l

Test date (DD.MM.YYYY): 12.04.2007

Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 30.04.2010

Wolfgang Gernand

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature

Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 25.05.2010

1.19777.0500 Cadmium standard solution traceable to SRM from
NIST Cd(NO₃)₂ in HNO₃ 0,5 mol/l 1000 mg/l Cd
CertiPUR®

Batch HC735350

Batch Values

Concentration β (Cd) 1000 mg/l

*Determination method: Complexometric titration.
(traceable to NIST - SRM 682)*

Accuracy of the method: +/- 2 mg/l

Test date (DD.MM.YYYY): 17.01.2007

Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 31.01.2010

Wolfgang Gernand

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature

Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 25.05.2010

1.19786.0500 Copper standard solution traceable to SRM from NIST
Cu(NO₃)₂ in HNO₃ 0, 5 mol/l 1000 mg/l Cu CertiPUR®

Batch HC753098

Batch Values

Concentration	β (Cu)	1000	mg/l
---------------	--------	------	------

*Determination method: Complexometric titration.
(traceable to NIST - SRM 682)*

Accuracy of the method: +/- 2 mg/l

Test date (DD.MM.YYYY): 27.04.2007

Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 30.04.2010

Wolfgang Gernand

responsible laboratory manager quality control

This document has been produced electronically and is valid without a signature