

**ANALISIS ARSEN, TEMBAGA DAN TIMBAL DALAM DAUN, BATANG
BAYAM HIJAU (*Amaranthus hybridus* Linn) DAN KANGKUNG
DARAT (*Ipomoea reptana* Poir) DENGAN SPEKTROFOTOMETER
SERAPAN ATOM**

ERIKA YUTIASARI

0706197313



**UNIVERSITAS INDONESIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI SARJANA FARMASI EKSTENSI
DEPOK
2010**

**ANALISIS ARSEN, TEMBAGA DAN TIMBAL DALAM DAUN, BATANG
BAYAM HIJAU (*Amaranthus hybridus* Linn) DAN KANGKUNG
DARAT (*Ipomoea reptana* Poir) DENGAN SPEKTROFOTOMETER
SERAPAN ATOM**

**Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat
untuk memperoleh gelar sarjana farmasi**

Oleh :

ERIKA YUTIASARI

0706197313



DEPOK

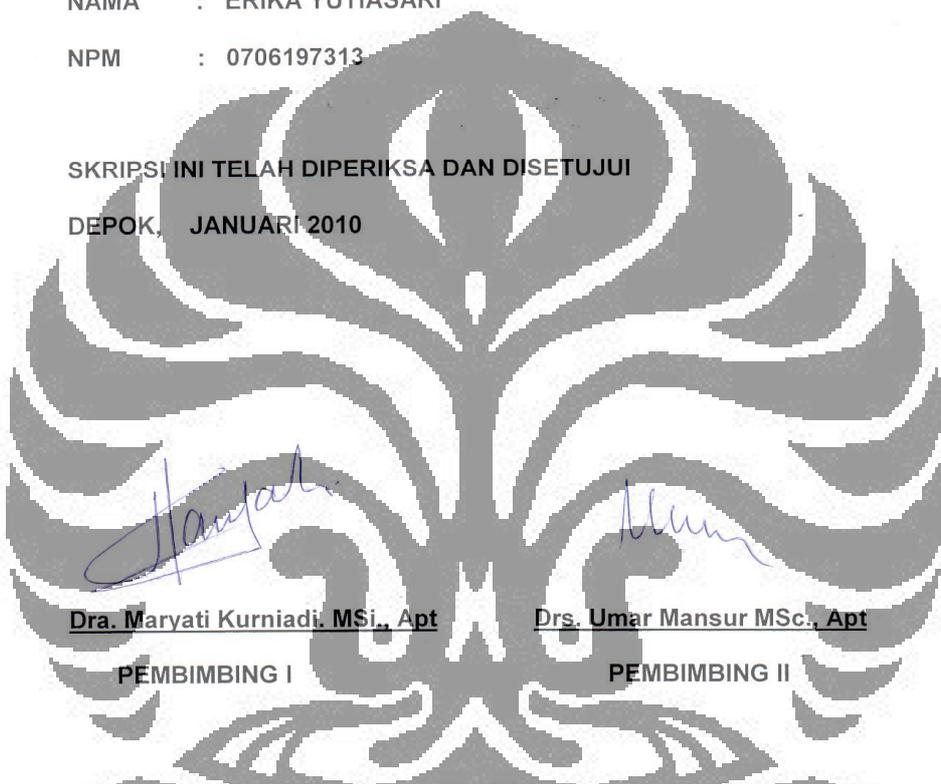
2010

SKRIPSI : ANALISIS ARSEN, TEMBAGA DAN TIMBAL DALAM
DAUN, BATANG BAYAM HIJAU (*Amaranthus hybridus*
Linn) DAN KANGKUNG DARAT (*Ipomoea reptana* Poir)
DENGAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM

NAMA : ERIKA YUTIASARI

NPM : 0706197313

SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI
DEPOK, JANUARI 2010



Dra. Maryati Kurniadi, MSi., Apt

PEMBIMBING I

Drs. Umar Mansur MSc., Apt

PEMBIMBING II

Tanggal Lulus Ujian Sidang Sarjana : 14 Januari 2010.....

Penguji I : Dr. Herman Suryadi, MS......

Penguji II : Dra. Juheini, Msi......

Penguji III : Pharm. Dr. Joshita D. MS., Ph.D......

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan dan penyusunan skripsi yang berjudul Analisis Arsen, Tembaga dan Timbal dalam Daun, Batang Bayam Hijau (*Amaranthus hybridus* Linn) dan Kangkung Darat (*Ipomoea reptana* Poir) dengan Spektrofotometer 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 Universitas Indonesia.
2. Bapak Dr. Abdul Mun'im, MSi, selaku Ketua Program S1 Ekstensi Departemen Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Indonesia.
3. Ibu Dra. Maryati K, MSi., Apt, selaku pembimbing I dan Bapak Umar Mansur MSc., Apt, selaku pembimbing II yang telah memberi banyak pengarahan, pemahaman, serta memberikan usulan-usulan dan ilmu yang bermanfaat selama penelitian dan penyusunan skripsi.

4. Bapak Dr. Arry Yanuar selaku Pembimbing Akademis yang telah memberikan dukungan dan saran selama masa pendidikan.
5. Seluruh staf pengajar, laboran, dan karyawan Departemen Farmasi FMIPA UI yang telah membantu kelancaran dalam perkuliahan dan penelitian serta penyusunan skripsi.
6. Keluargaku tercinta, bapak, mama, Rudy, tante Niniek, dan om Tony, serta abi Ozie yang selalu sabar dan memberikan banyak cinta, dukungan juga doa kepada penulis.
7. Teman-teman terutama : Farmasi Ekstensi 2007 atas lima semester yang menyenangkan, KBI Kimia, temen-teman yang bekerja di laboratorium penelitian lantai II : Thiea, Andita, Ibu Ike atas kerjasama, kebaikan, saran, dan masukan. Sahabat-sahabat terbaik : De, Angel, Punzung, Nadya, Fitri, Yanti, Gadot, Innu, Gebagosa, k' Vidya, k' Ulfah, dan Ita atas kebaikan, perhatian, nasehat, tempat berbagi, dan ketulusan persahabatan yang terjalin.
8. Semua pihak yang telah memberikan dukungan yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pihak yang membutuhkan.

Penulis

2010

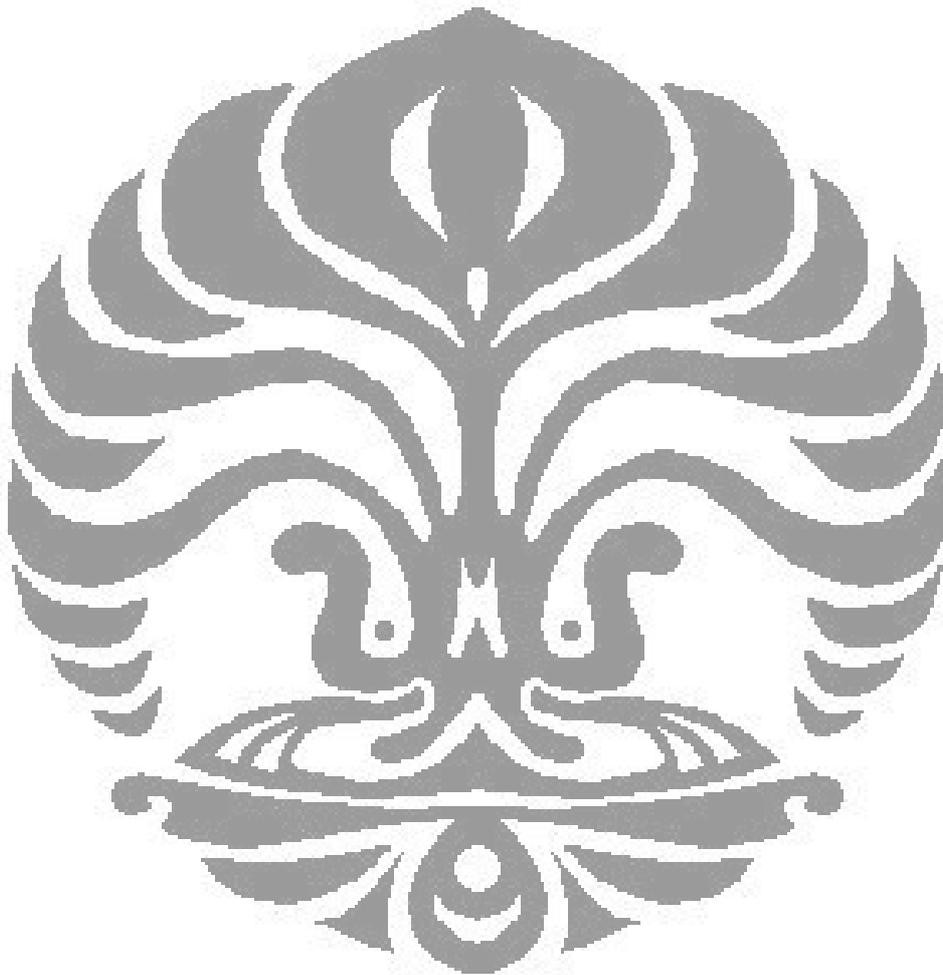
ABSTRAK

Kontaminasi arsen (As), tembaga (Cu), dan timbal (Pb) pada sayuran seperti bayam dan kangkung akan menimbulkan masalah kesehatan bila melebihi batas cemaran yang diperbolehkan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar logam dalam sampel (bayam dan kangkung) dari kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern Depok, dan kawasan industri Pulogadung. Sampel dikeringkan dengan oven untuk analisis Cu dan Pb sedangkan untuk arsen tidak dengan oven. Sampel didestruksi dengan HNO₃ pekat menggunakan metode analisis sistem tertutup dengan alat *microwave digestion system*. Setelah tahap destruksi, sampel dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom (SSA). Untuk analisis arsen dilengkapi dengan *hydride vapor generator* (HVG) serta larutan pereduksi HCl 5M dan NaBH₄ 0,4%. Cemaran As tidak terdeteksi tetapi Cu dan Pb terdeteksi. Menurut Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia, batas cemaran maksimal Cu adalah 5 mg/kg dan Pb adalah 2 mg/kg. Sampel yang tidak layak dikonsumsi untuk cemaran Cu adalah daun bayam dari kampung Bolang-Tangerang, daun dan batang kangkung darat dari tiga daerah, dan untuk cemaran Pb pada daun bayam hijau, daun dan batang kangkung darat dari kawasan industri Pulogadung.

Kata kunci : Arsen, Tembaga, Timbal, Bayam Hijau, Kangkung Darat, SSA,
HVG

xii + 103 hlm.; gbr.; tab.; lamp

Bibliografi : 24 (1981-2009)



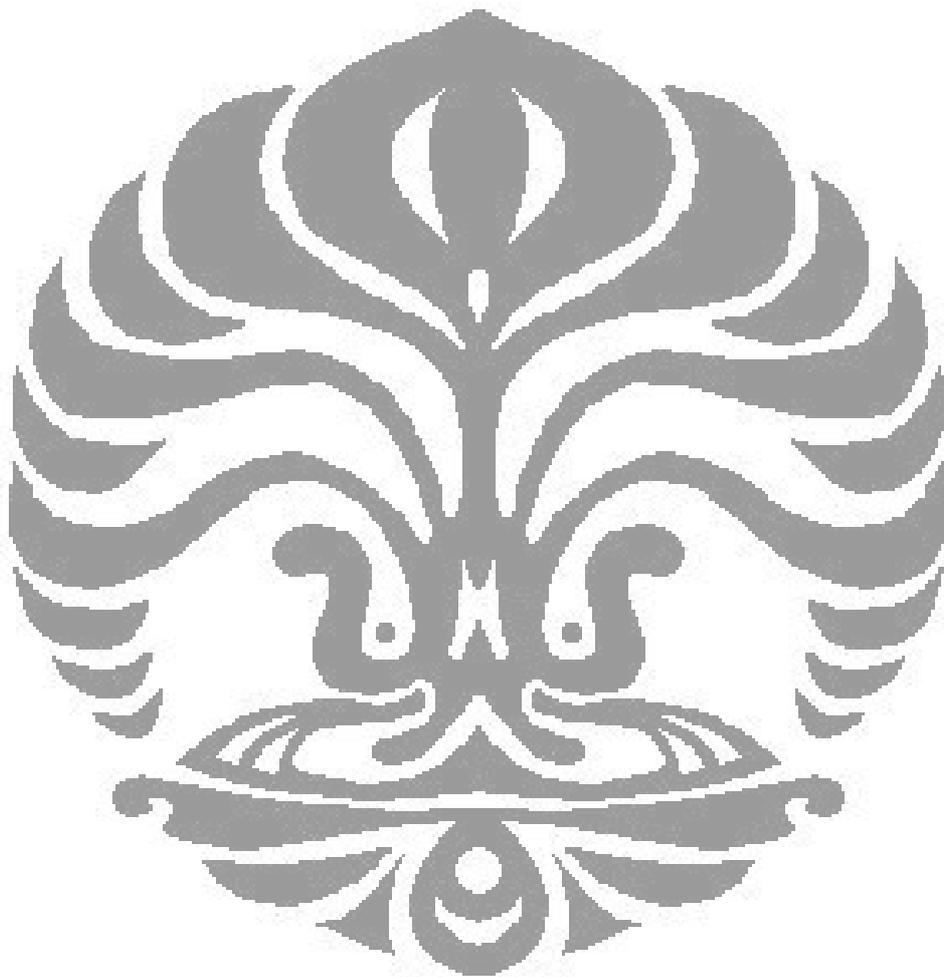
ABSTRACT

The contamination of arsenic (As), copper (Cu) and lead (Pb) in the vegetables such as spinach and *kangkung* will cause health problems if the contamination exceeds the allowed limit. This research was conducted to determine levels of metals in the sample (spinach and *kangkung*) from the village Bolang-Tangerang, Depok modern supermarkets, and industrial Pulogadung areas. Samples were dried in the oven for the analysis of Cu and Pb but for As was not. It was destructed by concentrated HNO₃ by a closed system analysis method using Microwave Digestion System. After phase of destruction, it was analyzed by atomic absorption spectrophotometer (AAS), for analysis of arsenic equipped with hydride vapor generator (HVG) and the reducing solution, 5M HCl and 0.4% NaBH₄. The contamination of As was not detected but Cu and Pb were detected. According to the Directorate General of Drug and Food Control Ministry of Health of the Republic of Indonesia, the maximum contamination limit is 5 mg Cu / kg and Pb is 2 mg / kg. Inadequate samples for the contamination of Cu was taken from leaves of spinach from the village of Bolang-Tangerang, leaves and stems of land *kangkung* from three areas, and for Pb in leaves of spinach, leaves and stems of land *kangkung* from Pulogadung industrial areas.

Keywords: Arsenic, Copper, Lead, Spinach, Land *Kangkung*, AAS, HVG

xii + 103 pg; pic.; tab.; enc

Bibliography: 24 (1981-2009)



DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRAK.....	iii
ABSTRACT.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB I. PENDAHULUAN	
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian.....	3
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
A. Sayuran.....	4
B. Pencemaran Logam Berat.....	11
C. Spektrofotometri Serapan Atom.....	18
D. Validasi Metode Analisis.....	29
E. Metode Analisis Cemaran Arsen, Tembaga, dan Timbal.....	33

BAB III. METODOLOGI PENELITIAN

A. Bahan.....	35
B. Alat.....	35
C. Cara Kerja.....	36

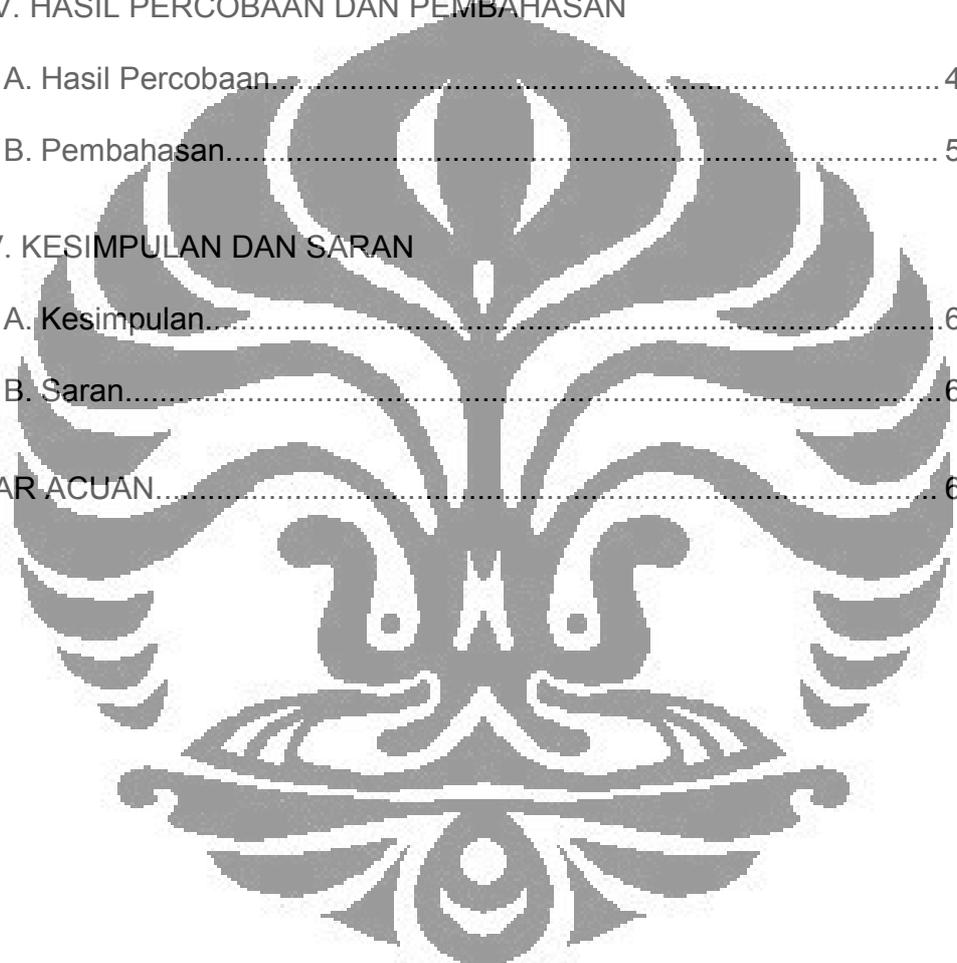
BAB IV. HASIL PERCOBAAN DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Percobaan.....	46
B. Pembahasan.....	53

BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan.....	61
B. Saran.....	62

DAFTAR ACUAN.....	63
-------------------	----



DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Sistem peralatan spektrofotometer serapan atom.....	21
2. Lampu Katoda Berongga.....	24
3. Kurva Kalibrasi Arsen.....	67
4. Kurva Kalibrasi Tembaga.....	68
5. Kurva Kalibrasi Timbal.....	69
6. Spektrofotometri Serapan Atom (Shimadzu AA-6300).....	70
7. <i>Hydride Vapor Generator (HVG)</i>	70
8. Unit-unit SSA.....	72
9. Gas yang Digunakan.....	72
10. <i>Microwave digestion system</i>	72

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Kandungan Gizi Batang/Daun Bayam Segar dalam 100 gram.....	7
2. Kandungan Gizi Batang/Daun Kangkung segar dalam 100 gram.....	10
3. Ketentuan Spektrofotometer Serapan Atom untuk Pengukuran Arsen.....	44
4. Ketentuan Spektrofotometer Serapan Atom Untuk Pengukuran Tembaga.....	44
5. Ketentuan Spektrofotometer Serapan Atom Untuk Pengukuran Timbal.....	45
6. Data Kurva Kalibrasi Arsen	74
7. Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas kuantisasi (LOQ) Arsen.....	75
8. Tabel Penetapan Kadar Arsen pada Daun dan Batang Bayam Hijau.....	76
9. Tabel Penetapan Kadar Arsen pada Daun dan Batang Kangkung Darat.....	77
10. Data Kurva Kalibrasi Tembaga... ..	78
11. Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas kuantisasi (LOQ) Tembaga.....	79
12. Hasil Uji Presisi Tembaga.....	80

13.	Hasil Uji Perolehan Kembali Tembaga pada Daun Bayam.....	81
14.	Hasil Uji Perolehan Kembali Tembaga pada Batang Bayam.....	82
15.	Hasil Uji Perolehan Kembali Tembaga pada Daun Kangkung.....	83
16.	Hasil Uji Perolehan Kembali Tembaga pada Batang Kangkung.....	84
17.	Hasil Penetapan Kadar Tembaga pada Daun dan Batang Bayam	85
18.	Hasil Penetapan Kadar Tembaga pada Daun dan Batang Kangkung Darat.....	86
19.	Data Kurva Kalibrasi Timbal	87
20.	Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas kuantisasi (LOQ) Timbal.....	88
21.	Hasil Uji Presisi Timbal.....	89
22.	Hasil Uji Perolehan Kembali Timbal Daun Bayam.....	90
23.	Hasil Uji Perolehan Kembali Timbal Batang Bayam.....	91
24.	Hasil Uji Perolehan Kembali Timbal Daun Kangkung.....	92
25.	Hasil Uji Perolehan Kembali Timbal Batang Kangkung.....	93
26.	Hasil Penetapan Kadar Timbal pada Daun dan Batang Bayam	94
27.	Hasil Penetapan Kadar Timbal dalam Daun dan Batang Kangkung	95

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Cara Memperoleh Persamaan Garis Linier.....	97
2. Cara Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantisasi.....	98
3. Cara Perhitungan Simpangan Baku dan Koefisien variasi.....	99
4. Cara Perhitungan Uji Perolehan Kembali	100
5. Sertifikat Analisis Standar Arsen.....	101
6. Sertifikat Analisis Standar Tembaga.....	102
7. Sertifikat Analisis Standar Timbal.....	103



BAB I

PENDAHULUAN

A. LATAR BELAKANG

Semboyan atau motto empat sehat lima sempurna dicanangkan pada tahun 1950-an oleh bapak gizi Indonesia, Prof. Poerwo Soedarmo. Inti dari motto tersebut adalah suatu ajakan untuk membuat keseimbangan asupan gizi dalam konsumsi sehari-hari, yaitu empat sehat lima sempurna. Empat sehat lima sempurna terdiri dari: makanan pokok, lauk-pauk, sayur-mayur, buah-buahan, dan susu sebagai pelengkap dengan berbagai kandungan zat yang berguna bagi tubuh (1).

Sayur-mayur merupakan jenis makanan penting dalam menjaga kesehatan tubuh. Sayuran hijau, sebagai contoh dan sebagai obyek penelitian kali ini yaitu bayam dan kangkung, memiliki banyak kandungan zat gizi alami antara lain: vitamin A, B₁, C, dan K, unsur-unsur mineral (Ca, Fe, dan P), zat klorofil serta antioksidan. Selain banyaknya kandungan zat gizi alami, tanaman tersebut juga sangat digemari dan banyak dicari oleh masyarakat umum karena harganya murah, mudah didapatkan dan mudah dalam penanaman serta pembudidayaannya bagi petani yang menanam (2).

Pencemaran logam berat terhadap alam lingkungan merupakan suatu proses yang erat hubungannya dengan penggunaan logam berat oleh manusia. Pencemaran lingkungan oleh logam berat dapat terjadi jika industri yang menggunakan logam berat tersebut tidak memperhatikan keselamatan

lingkungan, terutama saat membuang limbahnya. Selain berasal dari limbah pabrik, logam berat dapat berasal dari asap kendaraan bermotor, sebagai contoh logam timbal (Pb), juga dapat berasal dari penggunaan pupuk yang mengandung logam seperti tembaga (Cu), pestisida ataupun insektisida yang mengandung logam berat secara berlebihan oleh petani. Pencemaran lingkungan oleh arsen yaitu berasal dari batuan (tanah) dan sedimen, dalam udara, dan dalam air di lokasi yang tercemar. Logam-logam tertentu dalam konsentrasi tinggi akan sangat berbahaya bila ditemukan di dalam lingkungan (air, tanah, dan udara) (3).

Manusia bukan hanya menderita sakit karena menghirup udara yang tercemar, tetapi juga akibat mengasup makanan yang tercemar logam berat. Sumbernya sayur-sayuran dan buah-buahan yang ditanam di lingkungan yang tercemar atau daging dari ternak yang makan rumput yang sudah mengandung logam berat yang sangat berbahaya bagi kesehatan manusia (3).

Seiring bertambah tingginya tingkat pencemaran logam berat yang sejalan dengan banyaknya konsumsi sayuran oleh masyarakat maka akan menimbulkan resiko pencemaran pada sayuran, khususnya arsen, tembaga, dan timbal serta bahaya logam-logam tersebut dalam kehidupan konsumen dari sayuran tersebut. Oleh karena itu, maka dipandang perlu dilakukan penelitian terhadap kandungan arsen, tembaga, dan timbal dalam sayuran bayam dan kangkung pada khususnya baik pada bagian batang maupun daun di tiga tempat dengan tingkat polusi yang berbeda dari yang tinggi,

sedang sampai rendah dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom.

Pemilihan dengan metode spektrofotometri serapan atom adalah dikarenakan alat sangat spesifik, dapat menganalisis banyak sampel dalam waktu singkat untuk sekali penyaringan analit logam, sebelum pengukuran tidak selalu memerlukan pemisahan unsur yang ditentukan karena kemungkinan penentuan satu unsur dengan kehadiran unsur lain dapat dilakukan asalkan katoda berongga yang diperlukan tersedia, ketelitiannya sampai tingkat runtu, tidak memerlukan pemisahan pendahuluan.

B. TUJUAN

1. Mengidentifikasi adanya cemaran arsen (As), tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam batang dan daun bayam hijau serta kangkung darat daerah industri Pulogadung, pasar swalayan modern daerah Depok dan kampung Bolang-Tangerang.
2. Menetapkan kadar arsen (As), tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam batang dan daun bayam hijau serta kangkung darat daerah industri Pulogadung, pasar swalayan modern daerah Depok dan kampung Bolang-Tangerang.
3. Mengetahui layak atau tidaknya batang dan daun bayam hijau serta kangkung darat daerah industri Pulogadung, pasar swalayan modern daerah Depok dan kampung Bolang-Tangerang untuk dikonsumsi oleh manusia.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. SAYURAN

1. Bayam

a. Daerah penyebaran

Bayam merupakan tanaman sayuran yang dikenal dengan nama ilmiah *Amaranthus* spp. Kata "amaranth" dalam bahasa Yunani berarti "everlasting" (abadi). Tanaman bayam berasal dari daerah Amerika tropik, pada awalnya dikenal sebagai tumbuhan hias. Dalam perkembangan selanjutnya, tanaman bayam dipromosikan sebagai bahan pangan sumber protein, terutama untuk negara-negara berkembang. Diduga tanaman bayam masuk ke Indonesia pada abad XIX ketika lalu lintas perdagangan orang luar negeri masuk ke wilayah Indonesia.

Pusat penanaman bayam di Indonesia adalah Jawa Barat (4.273 hektar), Jawa Tengah (3.479 hektar), dan Jawa Timur (3.022 hektar). Propinsi lainnya berada pada kisaran luas panen antara 13.0-2.376 hektar.

b. Jenis (5)

Penggolongan jenis bayam dibedakan atas 2 macam, yaitu bayam liar dan bayam budidaya. Bayam liar dikenal 2 jenis, yaitu bayam tanah (*A. blitum* L.) dan bayam berduri (*A. spinosus* L.). Ciri

utama bayam liar adalah batangnya berwarna merah dan daunnya kaku (kasap). Jenis bayam budidaya dibedakan 2 macam, yaitu:

- 1) Bayam cabut atau bayam sekul atau juga bayam putih (*A. tricolor* L.). Ciri-ciri bayam cabut adalah memiliki batang berwarna kemerah-merahan atau hijau keputih-putihan, dan memiliki bunga yang keluar dari ketiak cabang. Bayam cabut yang batangnya merah disebut bayam merah, sedangkan yang batangnya putih disebut bayam putih.
- 2) Bayam tahun, bayam skop atau bayam kakap (*A. hybridus* L.). Ciri-ciri bayam ini adalah memiliki daun lebar-lebar, yang dibedakan atas 2 spesies yaitu:
 - a) *A. hybridus caudatus* L., memiliki daun agak panjang dengan ujung runcing, berwarna hijau kemerah-merahan atau merah tua, dan bunganya tersusun dalam rangkaian panjang terkumpul pada ujung batang.
 - b) *A. hybridus paniculatus* L., mempunyai dasar daun yang lebar sekali, berwarna hijau, rangkaian bunga panjang tersusun secara teratur dan besar-besar pada ketiak daun.

c. Klasifikasi bayam(6)

Kingdom : Plantae (Tumbuhan)

Subkingdom : Tracheobionta (Tumbuhan berpembuluh)

Super Divisi : Spermatophyta (Menghasilkan biji)

Divisi : Magnoliophyta (Tumbuhan berbunga)

Kelas : Magnoliopsida (berkeping dua / dikotil)

Sub Kelas : Hamamelidae

Ordo : Caryophyllales

Famili : *Amaranthaceae* (suku bayam-bayaman)

Genus : *Amaranthus*

Spesies : *Amaranthus hybridus* L.

d. Kandungan gizi (7).

Menurut Direktorat Gizi Departemen Kesehatan Republik Indonesia, pada batang/daun bayam segar dalam 100 gram adalah sebagai berikut:

Tabel 1
Kandungan gizi batang/daun bayam segar
dalam 100 gram

Kandungan	Jumlah
Kalori	30 kalori
Protein	3,5 gram
Lemak	0,5 gram
Karbohidrat	6,5 gram
Kalsium	267 gram
Fosfor	67 mg
Besi	3,9 mg
Vitamin A	6090 S.I
Vitamin B ₁	0,08 mg
Vitamin C	80 mg
Air	86,9 mg

e. Kegunaan (2)

Bayam hijau digunakan sebagai sumber protein nabati, yang digunakan sebagai pemenuhan kebutuhan gizi masyarakat atau konsumennya. Klorofil mempunyai struktur kimia yang hampir mirip dengan hemoglobin (sel darah merah). Sehingga klorofil dapat dimanfaatkan untuk merangsang pembentukan sel darah merah pada penderita anemia. Antioksidan yang akan menetralkan radikal bebas sebelum menimbulkan kerusakan pada sel-sel tubuh; antipenuaan dan antikanker.

2. Kangkung

a. Daerah penyebaran (8)

Tanaman dari India yang menyebar ke Malaysia, Burma, Indonesia, Cina Selatan, Australia, dan bagian negara Afrika ini disebut juga *Swamp Cabbage*, *Water Convovulus*, dan *Water Spinach*. Di Indonesia, kangkung mudah ditenui di daerah-daerah di Jawa, Papua, dan Aceh Besar.

b. Jenis (8)

Sayuran bernama Latin *Ipomoea reptans* ini terdiri dari dua varietas, yaitu kangkung darat yang sering disebut kangkung cina, dan kangkung air yang tumbuh secara alami di sawah, rawa, atau parit.

Warna bunga: Kangkung air berbunga putih kemerah-merahan, sedangkan kangkung darat bunga putih bersih.

Bentuk daun dan batang: kangkung air berbatang dan berdaun lebih besar dari pada kangkung darat. Warna batang berbeda, kangkung air berbatang hijau, sedangkan kangkung darat putih kehijau-hijauan.

Kebiasaan berbiji: kangkung darat lebih banyak berbiji dari pada kangkung air, itu sebabnya kangkung darat diperbanyak lewat biji, sedangkan kangkung air dengan stek pucuk batang.

c. Klasifikasi kangkung (9)

Kingdom : Plantae (Tumbuhan)

Subkingdom : Tracheobionta (Tumbuhan berpembuluh)

Super Divisi : Spermatophyta (Menghasilkan biji)

Divisi : Magnoliophyta (Tumbuhan berbunga)

Kelas : Magnoliopsida (berkeping dua / dikotil)

Sub Kelas : Asteridae

Ordo : Solanales

Famili : *Convolvulaceae* (suku kangkung-kangkungan)

Genus : *Ipomoea*

Spesies : *Ipomoea reptans* Poir.

d. Kandungan gizi (7)

Menurut Direktorat Gizi Departemen Kesehatan Republik Indonesia, pada batang/daun kangkung segar dalam 100 gram adalah sebagai berikut.

Tabel 2
Kandungan gizi batang/daun kangkung segar
dalam 100 gram

Kandungan	Jumlah
Kalori	29 kalori
Protein	3,0 gram
Lemak	0,3 gram
Karbohidrat	5,4 gram
Kalsium	73 gram
Fosfor	50 mg
Besi	2,5 mg
Vitamin A	6300 S.I
Vitamin B ₁	0,07 mg
Vitamin C	32 mg
Air	89,7 mg

e. Kegunaan

Sama seperti bayam, kangkung juga memiliki kandungan mineral, vitamin A, B, C, asam amino, kalsium, fosfor, karoten, dan zat besi. Banyaknya kandungan gizi dari tanaman ini menyebabkan variasi khasiat yang dihasilkan untuk tubuh manusia. Penyakit sembelit dapat diobati dengan mengkonsumsi tanaman ini karena kandungan seratnya yang cukup tinggi.

Menurut jurnal yang ditulis oleh Daniel F. Austin dengan judul *Water Spinach (Ipomoea aquatica, Convolvulaceae) Food Gone Wild*, seperti kebanyakan tanaman lain, tanaman kangkung digunakan sebagai makanan dengan berbagai efek pengobatan. Kangkung dipertimbangkan sebagai laksatif yang

direkomendasikan oleh Hyne pada tahun 1927 untuk mengobati hemorrhoid. Di Burma, India dan Indonesia sari tanaman kangkung digunakan sebagai emetik untuk pengobatan keracunan opium, arsen dan air yang berpolusi. Selain itu, kangkung digunakan pada beberapa kondisi seperti: sukar tidur dan sakit kepala (Burkill 1966, Read 1936, Van Valkenburgh & Bunyapraphatsara 2001), kangkung juga dapat memberi pengaruh ketenangan atau penyejuk bagi orang yang mengkonsumsinya. McDonald mengatakan bahwa dengan mengkonsumsi tanaman kangkung dapat mempermudah tidur dan memberi efek mengantuk. Naples pada tahun 2005 juga mempunyai gagasan yang tidak jauh berbeda, yaitu dengan mengkonsumsi banyak tanaman kangkung memberikan efek menenangkan syaraf dalam kasus kesulitan tidur, stress, sakit kepala, dan lemah (22).

B. PENCEMARAN LOGAM BERAT

1. Pengertian logam berat

Logam biasa diartikan sebagai barang padat dan berat yang biasanya selalu digunakan oleh orang untuk alat atau perhiasan, yaitu besi, baja, emas, dan perak. Padahal masih banyak logam lain yang penting dan sangat kecil serta berperan dalam proses biologis

mahluk hidup misalnya: selenium, kobalt, mangan, dan logam lainnya. Logam juga dapat menyebabkan timbulnya suatu bahaya pada mahluk hidup, hal tersebut terjadi jika sejumlah logam mencemari lingkungan. Logam-logam tertentu sangat berbahaya bila ditemukan dalam konsentrasi tinggi dalam lingkungan (dalam air, tanah dan udara), karena logam tersebut mempunyai sifat yang dapat merusak jaringan tubuh mahluk hidup (10).

Logam berasal dari kerak bumi yang berupa 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. Logam dalam kerak bumi dibagi menjadi logam makro dan logam mikro, dimana logam makro ditemukan lebih dari 1000 mg/kg dan logam mikro jumlahnya kurang dari 500 mg/kg. Contoh logam makro adalah alumunium, besi, mangan, dan lainnya, contoh logam mikro adalah barium, nikel, seng, tembaga, merkuri, plumbum dan lainnya (10).

Sesungguhnya, istilah logam berat hanya ditujukan kepada logam yang mempunyai berat jenis lebih besar dari 5 g/cm³. Namun, pada kenyataannya unsur-unsur metaloid yang mempunyai sifat berbahaya juga dimasukkan ke dalam kelompok tersebut. Dengan demikian, yang termasuk ke dalam kriteria logam berat saat ini mencapai lebih kurang 40 jenis unsur. Beberapa contoh logam berat yang beracun bagi

manusia adalah: arsen (As), kadmium (Cd), tembaga (Cu), timbal (Pb), merkuri (Hg), nikel (Ni), dan seng (Zn) (3).

2. Proses terjadinya pencemaran logam pada tanaman

Pencemaran logam berat terhadap alam lingkungan merupakan suatu proses yang erat hubungannya dengan penggunaan logam tersebut oleh manusia. Pada awal digunakannya logam sebagai alat, belum diketahui pengaruh pencemaran logam pada lingkungan. Proses oksidasi dari logam yang menyebabkan perkaratan sebenarnya merupakan tanda-tanda adanya hal tersebut di atas. Tahun demi tahun ilmu kimia berkembang dengan cepat dan dengan mulai ditemukannya garam logam (HgNO_3 , PbNO_3 , CdCl_2 , dan lain-lain) serta diperjualbelikannya garam tersebut untuk industri, maka tanda-tanda pencemaran lingkungan mulai timbul. Pencemaran logam berat dapat terjadi pada daerah lingkungan yang bermacam-macam dan pencemaran ini dapat dibagi menjadi tiga golongan, yaitu udara, tanah/daratan, dan air/lautan (10).

Pencemaran lingkungan oleh logam berat dapat terjadi jika industri yang menggunakan logam tersebut tidak memperhatikan keselamatan lingkungan, terutama saat membuang limbahnya. Logam-logam tertentu dalam konsentrasi tinggi akan sangat berbahaya bila ditemukan di dalam lingkungan (air, tanah, dan udara). Sumber utama kontaminan logam berat adalah berasal dari udara dan air yang mencemari tanah. Selanjutnya semua tanaman yang tumbuh di atas tanah yang telah

tercemar akan mengakumulasi logam-logam tersebut pada semua bagian (akar, batang, daun dan buah) (3).

3. Karakteristik, kegunaan dan toksisitas logam berat

a) Arsen (As)

Arsen (As) atau sering disebut arsenik adalah suatu zat kimia yang ditemukan sekitar abad ke-13 (3). Arsen hampir selalu ditemukan secara alamiah di daerah pertambangan walaupun jumlahnya sangat sedikit. Logam ini biasanya selalu berbentuk senyawa kimia baik dengan logam lain, oksida maupun sulfur. Logam ini tidak begitu banyak kegunaannya seperti halnya logam-logam lain karena sifatnya kurang menguntungkan dan sangat beracun (10).

Kegunaan arsen adalah (10):

- 1) Sebagai campuran dalam insektisida;
- 2) Dipakai dalam konduktor listrik, tetapi tidak sebagai logam lain;
- 3) Sebagai pembasmi gulma dan bahan pengawet kayu;
- 4) Dipakai untuk mewarnai kertas yang dibuat untuk dinding, karena harganya relatif murah.

Sebagian besar arsen di alam merupakan bentuk senyawa dasar yang berupa substansi inorganik, yaitu senyawa arsen dengan oksigen, klorin, atau belerang, sedangkan senyawa dengan karbon dan hidrogen merupakan arsen organik (21). Arsen

inorganik dapat larut dalam air atau berbentuk gas dan terpapar pada manusia. Menurut *National Institute for Occupational Safety and Health* (1975), arsen inorganik bertanggung jawab terhadap berbagai gangguan kesehatan kronis, terutama kanker. Arsen juga dapat merusak ginjal dan bersifat racun yang sangat kuat (3). Penggunaan arsen terbesar adalah untuk pestisida (21).

b) Tembaga (Cu)

Tidak seperti logam-logam Hg, Pb, dan Cd, logam tembaga (Cu) merupakan mikroelemen esensial untuk semua tanaman dan hewan, termasuk manusia. Logam Cu diperlukan oleh berbagai sistem enzim di dalam tubuh manusia. Oleh karena itu, Cu harus selalu ada di dalam makanan. Yang perlu diperhatikan adalah menjaga agar kadar Cu di dalam tubuh tidak kekurangan dan juga tidak berlebihan (3).

Tembaga merupakan logam berwarna kemerah-merahan yang digunakan sebagai logam murni atau logam campuran dalam pabrik kawat, pelapis logam, pipa (21). Logam ini banyak digunakan pada pabrik yang memproduksi alat-alat listrik, gelas, dan zat warna yang biasanya bercampur dengan logam lain seperti perak, kadmium, timah putih, dan seng. Garam tembaga banyak digunakan dalam bidang pertanian, misalnya "Bordeaux" yang mengandung 1-3% tembaga sulfat (CuSO_4) digunakan untuk

membasmi jamur pada pohon buah-buahan, juga sering digunakan untuk membasmi siput (moluskisida)(10).

Toksisitas logam Cu pada manusia, khususnya anak-anak, biasanya terjadi karena Cu dalam bentuk CuSO_4 . Beberapa gejala keracunan Cu adalah sakit perut, mual, muntah, diare, dan beberapa kasus yang parah dapat menyebabkan gagal ginjal dan kematian (3)

c) Timbal (Pb)

Logam timbal (Pb) merupakan logam yang sangat populer dan banyak dikenal oleh masyarakat. Hal ini disebabkan oleh banyaknya Pb yang digunakan di industri non pangan dan paling banyak menimbulkan keracunan pada makhluk hidup. Pb adalah sejenis logam yang lunak dan berwarna cokelat kehitaman, serta mudah dimurnikan dari pertambangan (3).

Pb mempunyai sifat bertitik lebur rendah, mudah dibentuk, mempunyai sifat kimia yang aktif, sehingga dapat digunakan untuk melapisi logam untuk mencegah perkaratan. Bila dicampur dengan logam lain, membentuk logam campuran yang lebih bagus daripada logam murninya, mempunyai kepadatan melebihi logam lain. Logam Pb banyak digunakan pada industri baterai, kabel, cat (sebagai zat pewarna), penyepuhan, pestisida, dan yang paling banyak digunakan sebagai zat antiletup pada bensin. Pb juga digunakan sebagai zat penyusun patri atau solder dan sebagai

formulasi penyambung pipa yang mengakibatkan air untuk rumah tangga mempunyai banyak kemungkinan kontak dengan Pb.

Timbal (Pb) dapat masuk ke dalam tubuh melalui pernapasan, makanan, dan minuman. Logam Pb tidak dibutuhkan oleh manusia, sehingga bila makanan tercemar oleh logam tersebut, tubuh akan mengeluarkannya sebagian. Sisanya akan terakumulasi pada bagian tubuh tertentu seperti ginjal, hati, kuku, jaringan lemak, dan rambut. *Accidental poisoning* seperti termakannya senyawa timbal dalam konsentrasi tinggi dapat mengakibatkan gejala keracunan timbal seperti iritasi gastrointestinal akut, rasa logam pada mulut, muntah, sakit perut, dan diare (3).

4. Batas cemaran logam arsen, tembaga, timbal

Adanya cemaran logam dalam makanan harus memenuhi batasan maksimal sehingga aman untuk dikonsumsi. Menurut Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia dalam kumpulan peraturan perundang-undangan di bidang makanan dan minuman tahun 1998 ditetapkan batasan cemaran maksimal cemaran logam dalam makanan, yaitu sayuran dan hasil olahannya adalah untuk arsen= 1,0 mg/kg; tembaga= 5,0 mg/kg; timbal= 2,0 mg/kg (11).

C. SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)

Peristiwa serapan atom pertama kali diamati oleh Fraunhofer, ketika mengamati garis-garis hitam pada spektrum matahari. Spektrofotometer serapan atom (SSA) atau *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) pertama kali digunakan pada tahun 1955 oleh Walsh. SSA digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dalam jumlah kecil ataupun kompleks. Cara analisis ini memberikan kadar total unsur logam dalam suatu sampel dan tidak tergantung pada bentuk molekul dari logam dalam sampel tersebut. Cara ini cocok untuk analisis logam dalam campuran kompleks karena mempunyai kepekaan yang tinggi (batas deteksi kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana, dan interferensinya sedikit (12).

1. Prinsip

Teknik analisis SSA berdasarkan penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) dengan energi dari api atau arus listrik. 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* (13).

Suhu yang dicapai dengan api tergantung dari campuran gas yang dipakai, 2450°K jika digunakan campuran udara-asetilen (C_2H_2) dan 3200°K jika digunakan campuran $N_2O-C_2H_2$. Bahan yang akan dibakar dimasukkan ke dalam api dalam bentuk

tetes-tetes 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 berada di jalan cahaya. Pembakaran dengan listrik (*graphite furnace*) menghasilkan suhu yang lebih tinggi, hingga 6000°K dan lebih efisien dalam pemakaian bahan (13).

Interaksi materi dengan berbagai energi seperti energi panas, energi radiasi, energi kimia, dan energi listrik selalu memberikan sifat-sifat yang karakteristik untuk setiap unsur (atau persenyawaan), dan besarnya perubahan yang terjadi biasanya sebanding dengan jumlah unsur atau persenyawaan yang terdapat. Di dalam kimia analisis yang mendasarkan pada proses interaksi itu antara lain cara analisis spektrofotometri atom yang bisa berupa cara emisi dan cara absorpsi (serapan) (12).

Pada cara emisi, interaksi dengan energi menyebabkan eksitasi atom yang mana keadaan ini tidak berlangsung lama dan akan kembali ke tingkat semula dengan melepaskan sebagian atau seluruh energi eksitasinya dalam bentuk radiasi. Pemberian energi dalam bentuk nyala merupakan salah satu cara untuk eksitasi atom ke tingkat yang lebih tinggi, oleh karena itu disebut spektrofotometri emisi nyala atau *flame emission spectrometry* (FES). Pada absorpsi, jika pada populasi atom yang berada pada

tingkat dasar dilewatkan suatu berkas radiasi maka akan terjadi penyerapan yang energi radiasi oleh atom-atom tersebut (12).

Keberhasilan analisis dengan SSA ini tergantung pada proses eksitasi dan cara memperoleh garis resonansi yang tepat. Temperatur nyala harus sangat tinggi (12). Pada FES dan AAS biasanya dilakukan pada suhu di bawah 3000°C sehingga sebagian besar dari atom ada pada level energi terendah (13).

Menurut persamaan Boltzman, pada kondisi ekuilibrium termal, perbandingan jumlah atom pada level energi yang lebih tinggi (*excited state*), N_j , dengan jumlah atom pada level energi yang terendah (*ground state*), N_0 , dalam rumus adalah sebagai berikut (12):

$$\frac{N_j}{N_0} = \frac{P_j}{P_0} \exp\left(-\frac{E_j}{kT}\right)$$

Keterangan:

k : tetapan Boltzman ($1,38 \times 10^{-16}$ energi/derajat kelvin)

T : suhu dalam derajat (kelvin)

E_j : selisih energi (dalam erg) antara keadaan tereksitasi dengan keadaan asas

N_j : jumlah atom dalam keadaan tereksitasi

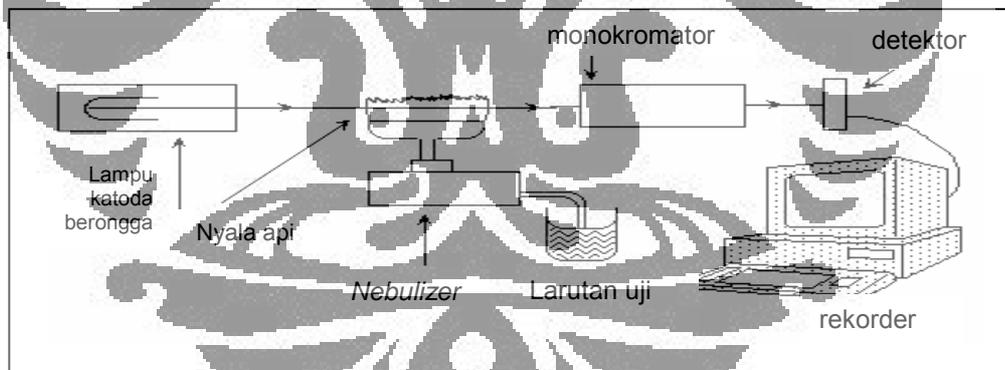
N_0 : jumlah keadaan atom dalam keadaan dasar

P_j : jumlah keadaan kuantum dengan energi yang sama pada keadaan tereksitasi

P_0 : jumlah keadaan kuantum dengan energi yang sama dalam keadaan dasar.

2. Instrumentasi

Sistem peralatan atau instrumentasi spektrofotometer serapan atom adalah terbagi atas beberapa bagian, yaitu spektrofotometer (monokromator, detektor, rekorder), sumber cahaya, dan tempat sampel (dengan nyala atau tanpa nyala). Dapat dilihat gambar bagian dari sistem peralatan atau instrumentasi tersebut :



Gambar 1. Sistem peralatan spektrofotometer serapan atom

a. Spektrofotometer

Seperti yang telah dilihat pada gambar di atas, spektrofotometer sendiri terdiri dari:

1) Monokromator

Pada SSA, 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* (12).

2) Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Biasanya digunakan tabung penggandaan foton (*photomultiplier tube*). Ada dua cara yang dapat digunakan dalam sistem deteksi, yaitu cara yang memberikan respon terhadap radiasi resonansi dan radiasi kontinyu, serta cara yang hanya memberikan respon terhadap radiasi resonansi (12).

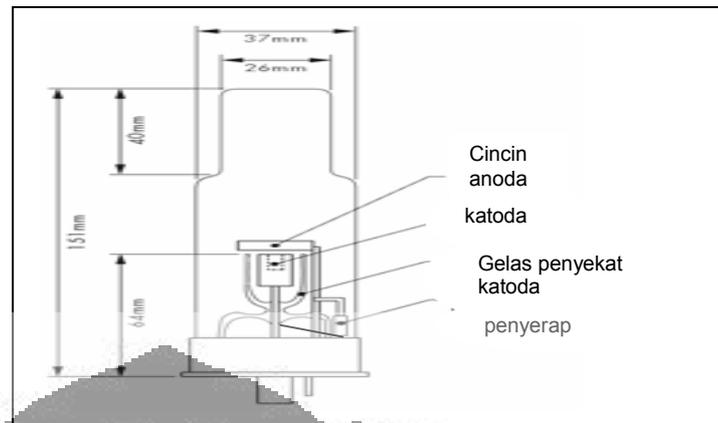
3) Rekorder

Rekorder merupakan suatu alat penunjuk atau dapat juga diartikan sebagai hasil sistem pencatatan hasil. Pencatatan hasil dilakukan dengan suatu alat yang telah dikalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorpsi. Hasil pembacaan dapat berupa angka

atau berupa kurva dari suatu rekorder yang menggambarkan absorpsi atau intensitas emisi (12).

b. Sumber cahaya

Sumber cahaya yang biasanya atau lazim digunakan adalah lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda sendiri berbentuk silinder berongga yang terbuat dari logam atau dilapisi dengan logam tertentu. Tabung logam ini diisi dengan gas mulia (neon atau argon) dengan tekanan rendah (10-15 torr). Neon biasanya lebih disukai karena memberikan intensitas pancaran lampu yang lebih rendah. Bila antara anoda dan katoda diberi suatu selisih tegangan yang tinggi (600 volt), maka katoda akan memancarkan berkas-berkas elektron yang bergerak menuju anoda yang mana kecepatan dan energinya sangat tinggi. Elektron-elektron dengan energi tinggi ini dalam perjalanannya menuju anoda akan bertabrakan dengan gas-gas mulia yang diisikan tadi.



Gambar 2. Lampu katoda berongga

Akibat dari tabrakan itu membuat unsur-unsur gas mulia akan kehilangan elektron dan menjadi ion bermuatan positif. Ion-ion gas mulia yang bermuatan positif selanjutnya akan bergerak ke katoda dengan kecepatan dan energi yang tinggi pula. Unsur-unsur ini akan ditabrak oleh ion-ion positif gas mulia. Akibat tabrakan ini, unsur-unsur akan terlempar ke luar dari permukaan katoda. Atom-atom unsur dari katoda ini kemudian akan mengalami eksitasi ke tingkat energi-energi elektron yang lebih tinggi dan akan memancarkan spektrum pancaran dari unsur yang sama dengan unsur yang akan dianalisis (12).

c. Tempat sampel

Dalam SSA, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral yang masih dalam keadaan asas. Ada beberapa alat yang digunakan untuk

mengubah suatu sampel menjadi uap atom-atom yaitu dengan nyala (*flame*) dan dengan tanpa nyala (*flameless*).

1) Nyala

Nyala digunakan untuk mengubah sampel berupa padatan atau cairan menjadi bentuk uap atomnya dan juga berfungsi untuk atomisasi. Suhu yang dapat dicapai oleh nyala tergantung dari gas-gas yang digunakan. Pemilihan macam bahan bakar dan gas pengoksidasi serta komposisi perbandingannya sangat mempengaruhi suhu nyala. Sumber nyala yang paling banyak digunakan adalah campuran asetilen sebagai bahan pembakar dan udara sebagai pengoksidasi dengan suhu 2200°C (12).

2) Tanpa nyala

Teknik atomisasi dengan nyala dinilai kurang peka karena atom gagal mencapai nyala, tetesan sampel yang masuk ke dalam nyala terlalu besar dan proses atomisasi kurang sempurna. Oleh karena itu, muncul teknik atomisasi baru yaitu atomisasi tanpa nyala.

Sejumlah sampel diambil sedikit (untuk sampel cair diambil hanya beberapa μL dan untuk sampel padat diambil beberapa mg), lalu diletakkan dalam tabung

grafit, kemudian tabung tersebut dipanaskan dengan sistem listrik dengan cara melewatkan arus listrik pada grafit. Akibat pemanasan ini, maka zat yang akan dianalisis berubah menjadi atom-atom netral dan pada fraksi atom ini dilewatkan suatu sinar yang berasal dari lampu katoda berongga sehingga terjadilah proses penyerapan energi sinar yang memenuhi kaidah analisis.

Sistem pemanasan dengan tanpa nyala dapat melalui tiga tahap, yaitu pengeringan yang membutuhkan suhu yang relatif rendah; pengabuan yang membutuhkan suhu yang lebih tinggi karena untuk menghilangkan matriks kimia dengan mekanisme volatilisasi atau pirolisis; dan pengatoman. Pada umumnya waktu dan suhu pemanasan tanpa nyala dilakukan dengan cara terprogram (12).

3. Jenis-jenis gangguan pada spektrofotometri serapan atom

Maksud dari gangguan (*interference*) pada SSA adalah peristiwa-peristiwa yang menyebabkan pembacaan absorbansi unsur yang dianalisis menjadi lebih kecil atau lebih besar dari nilai yang sesuai dengan konsentrasinya dalam sampel. Jenis-jenis gangguan yang dapat terjadi adalah gangguan spektra, gangguan

fisika, dan gangguan kimia baik dalam bentuk uap maupun bentuk padat.

a. Gangguan spektra

Gangguan spektra terjadi bila panjang gelombang (*atomic line*) dari unsur yang diperiksa berimpit dengan panjang gelombang dari atom atau molekul lain yang terdapat dalam larutan yang diperiksa. Gangguan karena berimpitnya panjang gelombang atom (*atomic line overlap*) umum dijumpai pada FES, sedangkan pada AAS gangguan ini hampir tidak ada karena digunakan sumber cahaya yang spesifik untuk unsur yang berangkutan. Efek emisi nyala pada AAS dapat dicegah dengan memodulasi sumber cahaya atau dengan cara yang lebih disukai pada daerah 190 sampai 320 nm menggunakan sumber cahaya kontinu (lampu hidrogen atau deuterium) (13).

b. Gangguan fisika

Sifat-sifat dari larutan yang diperiksa akan menentukan intensitas dari resapan atau emisi dari larutan zat yang diperiksa. Kekentalan mempengaruhi laju penyemprotan ke dalam nyala dan ketegangan muka, bobot jenis, kekentalan serta kecepatan gas menentukan besar butir tetesan. Oleh karena itu sifat-sifat fisika dari zat yang diperiksa dan larutan pembanding harus sama. Efek ini dapat diperbaiki dengan

menggunakan pelarut organik dimana sensitivitasnya dapat ditingkatkan 3 sampai 5 kali dibandingkan dengan pelarut air karena pelarut organik dapat mempercepat penyemprotan (kekentalannya rendah), cepat menguap, mengurangi penurunan suhu nyala, menaikkan kondisi, mereduksi nyala (13).

c. Gangguan kimia

1) Bentuk uap

Gangguan kimia biasanya terjadi karena memperkecil populasi atom pada level energi terendah. Telah disebutkan bahwa dalam nyala, atom dalam bentuk uap, dapat berkurang karena terbentuknya senyawa seperti oksidasi atau klorida, atau karena terbentuknya ion. Gangguan tersebut dapat dikurangi dengan menggunakan nyala yang cocok atau dengan menambahkan unsur yang lebih mudah terionisasi dalam jumlah berlebih (13).

2) Bentuk padat

Gangguan ini disebabkan karena terbentuknya senyawa yang sukar menguap atau sukar terdisosiasi dalam nyala. Hal ini terjadi pada nyala ketika pelarut menguap meninggalkan partikel-partikel padat. Efek dari gangguan ini dapat ditetapkan dengan mengukur emisi

atau resapan dari suatu seri larutan sampel dengan zat pengganggu dengan konsentrasi yang berbeda-beda. Adapun cara lain yang dapat digunakan adalah dengan memisahkannya melalui penyarian selektif atau dengan menambahkan *releasing agent*. Selain itu, dapat pula dengan mengikat unsur yang akan diperiksa dengan EDTA sehingga dapat melindungi unsur tersebut dari reaksi yang tidak dikehendaki (13).

D. VALIDASI METODE ANALISIS

Validasi metode adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (13). Validasi menurut *United States Pharmacopoeia* (USP) dilakukan untuk menjamin bahwa metode analisis akurat, spesifik, reproduibel, dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis (12). Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode analisis, yaitu (14):

1. Kecermatan (*accuracy*)

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan.

Cara penentuan kecermatan (*accuracy*) :

- a. Cara absolut
- b. Cara adisi

Syarat akurasi yang baik : 98 – 102%, untuk

sampel hayati (biologis/nabati) : $\pm 10\%$

2. Keseksamaan (*precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). 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.

3. Selektivitas (spesifisitas)

Selektivitas atau spesifisitas suatu metode adalah kemampuannya 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 cemar, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya, dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan.

4. Linearitas dan rentang

Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik 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 dapat diterima. Dalam praktek, digunakan satu seri larutan yang berbeda konsentrasinya antara 50 – 150% kadar analit dalam sampel. Di dalam pustaka, sering ditemukan rentang konsentrasi yang digunakan antara 0 – 200%. Jumlah sampel yang dianalisis sekurang-kurangnya delapan buah sampel blanko. 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 dihitung adalah simpangan baku residual (S_y). Dengan menggunakan kalkulator atau perangkat lunak komputer, semua perhitungan matematika tersebut dapat diukur.

5. Batas deteksi dan batas kuantitasi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat 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 kuantitas 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. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis linier $y = a + bx$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual ($S_{y/x}$).

6. 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, dll.

Ketangguhan biasanya dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh perbedaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji. Ketangguhan metode merupakan ukuran ketertiruan pada kondisi operasi normal antara lab dan antar analisis.

7. Kekuatan (*robustness*)

Untuk memvalidasi kekuatan suatu metode perlu dibuat perubahan metodologi yang kecil dan terus menerus dan mengevaluasi respon analitik dan efek presisi dan akurasi.

E. METODE ANALISIS CEMARAN ARSEN, TEMBAGA, DAN TIMBAL

Analisis cemaran arsen, tembaga, dan timbal menurut Standardisasi Nasional Indonesia adalah sebagai berikut:

1. Penetapan kadar arsen (As) (23).

a. Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 193,7 nm.

b. Prosedur penyiapan contoh uji dengan sistem tertutup (*microwave*)

Timbang 1 gram contoh ke dalam tabung destruksi, tambah 2 ml HNO_3 dan 1 ml H_2O_2 , tutup tabung dan masukkan ke dalam *microwave digestion*. Kerjakan programnya sesuai dengan

instruksi kerja alat. Setelah dingin, masukkan larutan destruksi ke dalam labu ukur 50 ml dan cukupkan volume dengan air suling.

2. Penetapan kadar tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) (24).

a. Prinsip dengan cara hidrolisis

Contoh hidrolisis dengan asam untuk memecahkan karbohidrat dan protein dalam contoh dan membebaskan logam-logam yang terkandung di dalamnya.

b. Prosedur penyiapan contoh uji dengan cara hidrolisis

Timbang 1-5 gram contoh dan masukkan ke dalam Erlenmeyer 250 ml, tambahkan 25 ml larutan HCl, kemudian panaskan sampai mendidih, diamkan dalam keadaan tersebut selama 5 menit. Dinginkan larutan dan kemudian pindahkan ke dalam labu ukur secara kuantitatif, encerkan sampai batas garis dengan air suling, kocok dan saring melalui kertas saring whatman no.1. Buat larutan blanko dengan cara penambahan pereaksi yang sama seperti contoh. Analisis dan catat absorpsi larutan standar, blanko, dan contoh dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 324,8nm untuk tembaga dan 283,3 nm untuk timbal. Buat kurva kalibrasi dan hitung kandungan logam dalam contoh.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

A. BAHAN

Bayam hijau (*Amaranthus hybridus* Linn) dan kangkung darat (*Ipomoea reptans* Poir) baik daun maupun batang (lebih kurang 10 cm dari pucuk tanaman) yang diambil dari tiga tempat berbeda (kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern Depok, dan daerah kawasan industri Pulogadung), larutan standar 1002 ppm arsen, larutan standar 1000 ppm tembaga, larutan standar 1000 ppm timbal (Merck), asam nitrat pekat (HNO_3 (p)), asam klorida (HCl) 5M, NaBH_4 0,4%, *aquadest* bebas mineral.

B. ALAT

Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300), lampu katoda berongga arsen, tembaga dan timbal, *Hydride vapor generator* (HVG) (Shimadzu), *Microwave Digestion system* (Milestone Start D), timbangan analitik, oven pengering, labu ukur, erlenmeyer, beaker glass, pipet volume, pipet tetes, karet penghisap, botol semprot.

C. CARA KERJA

1. Pembuatan larutan standar

a) Larutan standar arsen (15)

Larutan standar arsen 1002 ppm disiapkan dari H_3AsO_4 dalam HNO_3 0,5 mol/L (Merck). Dari larutan standar 1002 ppm dipipet sebanyak 10,0 mL lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL dan selanjutnya ditambahkan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas, sehingga diperoleh larutan 100,2 ppm. Dipipet sebanyak 1,0 mL dari larutan 100,2 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu tambahkan dengan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas, sehingga didapat larutan 1 ppm atau 1002 ppb. Dipipet sebanyak 25,0 mL dari larutan 1002 ppb ke dalam labu ukur 250,0 mL lalu ditambahkan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas, sehingga didapatkan larutan 100,2 ppb.

Setelah diperoleh larutan 100,2 ppb, dipipet sebanyak 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; dan 30,0 mL dari larutan 100,2 ppb dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100,0 mL yang berbeda lalu tambahkan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas, sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 5,01; 10,02; 15,03; 20,04; 25,05; dan 30,06 ppb.

b) Larutan standar tembaga (16)

Larutan standar tembaga 1000 ppm disiapkan dari $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dalam HNO_3 0,5 mol/L (Merck). Dari larutan standar 1000 ppm dipipet sebanyak 1,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas, sehingga diperoleh konsentrasi larutan 10 ppm. Dari larutan 10 ppm lalu dipipet 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; dan 12 mL dan masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi masing-masing 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,2 ppm.

c) Larutan standar timbal (15)

Larutan standar timbal 1000 ppm disiapkan dari $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam HNO_3 0,5 mol/L (Merck). Dari larutan standar 1000 ppm dipipet 0,5 dan 2,5 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan 250,0 mL, kemudian labu ukur ditambahkan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga di dapat larutan dengan konsentrasi 5 ppm dan 10 ppm. Dari larutan 10 ppm dipipet masing-masing 2,5; 5,0; 10,0; dan 20,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL lalu tambahkan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 0,25; 0,50; 1,00 dan 2,00 ppm.

2. Validasi metode analisis

a) Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas

Pembuatan larutan standar arsen (5,01; 10,02; 15,03; 20,04; 25,05; dan 30,06 ppb), tembaga (0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 ppm), dan timbal (0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00 ppm dan 10,00 ppm) yang telah dijelaskan di atas, diukur dengan alat spektrofotometer serapan atom. Setelah diukur, didapatkan data serapan lalu data tersebut diplot ke dalam sebuah kurva kalibrasi. Hasil plot kemudian dihitung untuk didapatkan faktor-faktor kelinieran garis, seperti r , r^2 , V_{xo} , dan $\Delta y/\Delta x$.

b) Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) dihitung secara statistik dari hasil kurva kalibrasi yang didapat. Rumus untuk perhitungannya adalah sebagai berikut:

$$LOD = \frac{3 \cdot S_{y/x}}{b} \qquad LOQ = \frac{10 \cdot S_{y/x}}{b}$$

Dimana b adalah nilai kemiringan (slope) dari persamaan kurva kalibrasi $y = bx + a$ dan $S_{y/x}$ didapat dengan rumus sebagai berikut:

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

c) Uji presisi

Uji presisi atau keseksamaan dilakukan dengan pembuatan larutan standar arsen, tembaga, dan timbal yang dibuat berbeda konsentrasinya, yaitu rendah, sedang, dan tinggi. Untuk larutan standar arsen (5,01; 15,03 dan 30,06 ppb), tembaga (0,2; 0,6; dan 1,2 ppm), dan timbal (0,25; 1,00; dan 10,00 ppm), dari masing-masing konsentrasi diukur dengan spektrofotometer serapan atom dan dilakukan pengulangan sebanyak enam kali, dan terakhir dihitung koefisien variasinya (14).

d) Kecermatan/akurasi

Kecermatan atau disebut dengan uji perolehan kembali (UPK) dilakukan dengan metode adisi. Metode adisi dilakukan dengan pembagian larutan hasil digesti sampel baik batang maupun daun bayam dan kangkung menjadi dua, bagian pertama tidak ditambahkan standar sedangkan bagian kedua ditambahkan standar (14, 19).

Larutan hasil digesti yang akan diuji kecermatannya untuk arsen dibagi menjadi tiga kelompok dan ditambahkan standar sampai masing-masing didapatkan konsentrasi akhir 5,01; 15,03; dan 30,06 ppb. kelompok pertama ditambahkan 5,0 mL dari larutan standar 10,02 ppb dalam labu ukur 10,0 mL dan didapat konsentrasi akhir 5,01 ppb kemudian diulang sebanyak tiga kali. Kelompok kedua ditambahkan 1,5 mL dari larutan standar 100,2

ppb dalam labu ukur 10,0 mL dan didapatkan konsentrasi akhir 15,03 ppb kemudian diulang sebanyak tiga kali. Kelompok terakhir atau ketiga ditambahkan 3,0 mL dari larutan standar 100,2 ppb dalam labu ukur 10,0 mL dan didapat konsentrasi akhir 30,06 ppb kemudian diulang sebanyak tiga kali.

Larutan hasil digesti yang akan diuji kecermatannya untuk tembaga dibagi menjadi tiga kelompok dan ditambahkan standar sampai masing-masing didapatkan konsentrasi akhir 0,2; 0,6; dan 1,2 ppm. Kelompok pertama ditambahkan 0,2 mL dari larutan standar 10 ppm ke dalam labu ukur 10,0 mL dan diperoleh konsentrasi akhir 0,2 ppm kemudian diulang sebanyak tiga kali. Kelompok kedua ditambahkan 0,6 mL dari larutan standar 10 ppm ke dalam labu ukur 10,0 mL dan didapat konsentrasi akhir 0,6 ppm kemudian dibuat tiga kali ulangan. Kelompok terakhir atau ketiga ditambahkan 1,2 mL dari larutan standar 10 ppm ke dalam labu ukur 10,0 mL dan didapat konsentrasi akhir 1,2 ppm kemudian diulang sebanyak tiga kali.

Larutan hasil digesti yang akan diuji kecermatannya untuk timbal dibagi menjadi tiga kelompok dan ditambahkan standar sampai masing-masing didapatkan konsentrasi akhir 0,25; 1,00; dan 10,00 ppm. Kelompok pertama ditambahkan 2,5 mL dari larutan standar 1 ppm dalam labu ukur 10,0 mL dan didapat konsentrasi akhir 0,25 ppm kemudian diulang sebanyak tiga kali.

Kelompok kedua ditambahkan 1,0 mL dari larutan standar 10 ppm dalam labu ukur 10,0 mL dan didapat konsentrasi akhir 1 ppm kemudian diulang sebanyak tiga kali. Kelompok terakhir atau ketiga ditambahkan 1,0 mL dari larutan standar 100 ppm dalam labu ukur 10,0 mL dan didapat konsentrasi akhir 10,0 ppm kemudian diulang sebanyak tiga kali.

Semua larutan diukur dengan spektrofotometer serapan atom. Hasil serapan yang didapatkan baik larutan digesti yang ditambahkan standar, tidak ditambahkan standar, maupun larutan standar yang ditambahkan, kemudian dicatat, dihitung konsentrasi masing-masing bagian, dan hitung UPK dengan rumus sebagai berikut:

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

Keterangan:

C1 : kadar sampel pada bagian yang tidak ditambahkan standar

C2 : kadar sampel pada bagian yang ditambah standar

s : kadar standar yang ditambahkan

3. Penyiapan sampel

Sampel yang digunakan adalah daun, batang bayam hijau segar dan daun, batang kangkung darat segar. Batang bayam hijau ataupun kangkung darat yang diteliti adalah lebih kurang 10 cm dari pucuk

tanaman. Kedua sampel sayur tersebut diambil dari tiga lokasi yang berbeda, yaitu kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern daerah Depok, dan daerah kawasan industri Pulogadung.

Sampel bayam dan kangkung dipisahkan antara daun dan batang untuk diperiksa kandungan logam berat pada masing-masingnya baik daun maupun batang, lalu sampel tersebut dikeringkan dalam oven pengering pada suhu 60°C selama 3 hari. Setelah sampel kering kemudian digiling dan dijadikan serbuk.

Khusus untuk sampel yang digunakan untuk identifikasi logam arsen tidak boleh dikeringkan dengan pemanasan atau dengan bantuan oven pengering. Hal tersebut dikarenakan arsen kurang stabil sehingga dalam analisisnya diperlukan penanganan yang khusus yaitu dalam pengeringan sampel cukup diangin-anginkan saja.

4. Digesti sampel

Digesti sampel dilakukan dengan bantuan alat yaitu *microwave digestion sistem* dengan tahapan (18): bejana TFM diletakkan di atas timbangan analitik dan timbangan tersebut di nolkan. Setelah itu, sampel ditimbang ke dalam bejana tersebut sebanyak 1,0 - 2,0 gram. Setelah sampel ditimbang, kemudian HNO₃ 65% dimasukkan perlahan-lahan dan diaduk sampai homogen. Bejana TFM yang telah diisi sampel dan larutan HNO₃ 65%, bejana tersebut dimasukkan ke dalam pelindung HTC lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan.

Setelah diyakini kencang, bejana tersebut dimasukkan ke dalam *microwave* lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180°C selama 10 menit dan kekuatan 500 watt. Setelah proses digesti selesai, bejana didinginkan sampai suhu kamar lalu buka bejana dan pindahkan ke labu ukur.

5. Penentuan arsen, tembaga, dan timbal dalam sampel

a) Arsen

Setelah proses digesti sampel selesai, hasil digesti sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL dengan penambahan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas. Pengukuran sampel dilakukan setelah didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 5,01; 10,02; 15,03; 20,04; 25,05; dan 30,06 ppb. Pengukuran sampel dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan menggunakan *Hydride vapor generator* dan ditambah larutan pereduksinya yaitu HCl 5M dan NaBH₄ 0,4%. Berikut adalah tabel ketentuan pada alat:

Tabel 3
Ketentuan spektrofotometer serapan atom
untuk pengukuran arsen.

Panjang gelombang	193,7 nm
Gas pembakar	Asetilen, kecepatan aliran 2,0 liter/menit
Oksidan	Udara, kecepatan aliran 15,0 liter/menit
Tinggi burner	6 mm

b) Tembaga

Setelah proses digesti sampel selesai, hasil digesti sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL dengan penambahan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas. Pengukuran sampel dilakukan setelah didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 0,20; 0,40; 0,60; 0,8; 1,00; dan 1,20 ppm. Pengukuran sampel menggunakan spektrofotometer serapan atom. Berikut adalah tabel ketentuan pada alat:

Tabel 4
Ketentuan spektrofotometer serapan atom
untuk pengukuran 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

c) Timbal

Setelah proses digesti sampel selesai, hasil digesti sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 mL dengan penambahan *aquadest* bebas mineral sampai volume tanda batas. Pengukuran sampel dilakukan setelah didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; dan 10,00 ppm. Pengukuran sampel dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Berikut adalah tabel ketentuan pada alat:

Tabel 5
Ketentuan spektrofotometer serapan atom
untuk pengukuran 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

BAB IV

HASIL PERCOBAAN DAN PEMBAHASAN

A. HASIL PERCOBAAN

1. Pembuatan larutan standar

Larutan standar arsen 1002 ppm disiapkan dari H_3AsO_4 dalam HNO_3 0,5 mol/L. Dari larutan standar 1002 ppm dibuat pengenceran sampai diperoleh variasi konsentrasi, yaitu 5,01; 10,02; 15,03; 20,04; 25,05; dan 30,06 ppb. Dari variasi konsentrasi tersebut akan digunakan untuk uji-uji validasi metode.

Larutan standar tembaga 1000 ppm disiapkan dari $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ dalam HNO_3 0,5 mol/L. Dari larutan standar 1000 ppm dibuat pengenceran sampai diperoleh variasi konsentrasi, yaitu 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,2 ppm. Dari variasi konsentrasi tersebut akan digunakan untuk uji-uji validasi metode.

Larutan standar timbal 1000 ppm disiapkan dari $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dalam HNO_3 0,5 mol/L. Dari larutan standar 1000 ppm dibuat pengenceran sampai diperoleh variasi konsentrasi, yaitu 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; dan 10,00 ppm. Sama seperti arsen dan tembaga, dari variasi konsentrasi tersebut akan digunakan untuk uji-uji validasi metode.

2. Validasi metode analisis

a. Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas

Kurva kalibrasi arsen dibuat dari enam konsentrasi yang berbeda, yaitu 5,01; 10,02; 15,03; 20,04; 25,05; dan 30,06 ppb sehingga didapatkan persamaan garis linier untuk standar arsen, yaitu $y = 0,018429x + 0,255533$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,9994. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 3 dan Tabel 6.

Kurva kalibrasi tembaga dibuat dari enam konsentrasi yang berbeda, yaitu 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; dan 1,2 ppm sehingga diperoleh persamaan garis linier untuk standar tembaga, yaitu $y = 0,20789x - 0,004420$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,9999. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4 dan Tabel 10.

Kurva kalibrasi timbal dibuat dari enam konsentrasi yang berbeda, yaitu 0,25; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; dan 10,00 ppm sehingga diperoleh persamaan garis linier untuk standar timbal, yaitu $y = 0,016819x - 0,0019445$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 5 dan Tabel 19.

b. Penentuan limit deteksi (LOD) dan limit kuantisasi (LOQ)

Penentuan limit atau batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) arsen diperoleh dari perhitungan statistik yaitu berturut-turut 0,0152 dan 0,0507 ppb, data selengkapnya dapat dilihat pada tabel 7.

Penentuan limit atau batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) tembaga diperoleh dari perhitungan statistik yaitu berturut-turut 0,0223 dan 0,0743 ppm, data selengkapnya dapat dilihat pada tabel 11.

Penentuan limit atau batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) timbal diperoleh dari perhitungan statistik yaitu berturut-turut 0,1252 dan 0,4174 ppm, data selengkapnya dapat dilihat pada tabel 20.

c. Uji presisi

Uji keseksamaan atau presisi pada larutan standar arsen tidak dilakukan oleh karena tidak terdeteksinya arsen dalam sampel yang diperiksa.

Uji keseksamaan atau presisi larutan standar tembaga digunakan konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi, yaitu: 0,2; 0,6; dan 1,2 ppm. Dari masing-masing konsentrasi memberikan koefisien variasi yang berbeda, yaitu berturut-turut 1,23; 0,58; dan 1,22%. Data selengkapnya dapat dilihat pada tabel 12.

Uji keseksamaan atau presisi larutan standar timbal digunakan konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi, yaitu: 0,25; 1,00; dan 10,00 ppm. Dari masing-masing konsentrasi memberikan koefisien variasi yang berbeda, yaitu berturut-turut 1,57; 1,44; dan 0,84% . Data selengkapnya dapat dilihat pada tabel 21.

d. Penentuan kecermatan atau akurasi

Uji perolehan kembali digunakan untuk penentuan kecermatan atau akurasi dari suatu metode. Uji perolehan kembali untuk arsen tidak

dilakukan karena tidak terdeteksinya cemaran arsen dalam sampel yang diperiksa.

Uji perolehan kembali (UPK) dilakukan pada sampel bayam dan kangkung, baik pada daun maupun pada batang. UPK yang dilakukan dengan penambahan standar tembaga konsentrasi rendah, sedang, dan rendah. Hasil rata-rata UPK pada daun bayam dengan penambahan konsentrasi 0,2; 0,6; dan 1,2 ppm berturut-turut adalah 90,96; 96,30; dan 89,81%. Data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 13. Sedangkan hasil rata-rata (UPK) pada batang bayam berturut-turut 91,08; 89,97; dan 88,57%. Data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 14. Hasil rata-rata (UPK) pada daun kangkung dengan penambahan konsentrasi 0,2; 0,6; dan 1,2 ppm berturut-turut 92,02; 90,40; dan 90,26%. Data dan hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 15. Sama seperti penambahan konsentrasi pada daun kangkung, hasil rata-rata (UPK) batang kangkung secara berturut-turut 91,75; 91,78; dan 93,89%. Data dan hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 16.

Uji perolehan kembali (UPK) dilakukan pada sampel bayam dan kangkung baik daun maupun batang dengan penambahan standar timbal konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi. Hasil rata-rata (UPK) pada daun bayam dengan penambahan konsentrasi 0,25; 1,00; dan 10,00 ppm berturut-turut 90,21; 90,37; dan 89,61%. Data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 22. Sedangkan, hasil rata-rata

(UPK) pada batang bayam berturut-turut 89,93; 90,51; dan 89,12%. Data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 23. Hasil rata-rata (UPK) pada daun kangkung berturut-turut 92,67; 93,88; dan 91,20%. Data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 24. Dan yang terakhir hasil rata-rata (UPK) pada batang kangkung berturut-turut 92,35; 93,85; dan 90,13%. Data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 25.

3. Persiapan sampel

Sampel bayam hijau dan kangkung darat baik daun maupun batang yang telah diambil berdasarkan lokasi pengambilan yang berbeda kemudian dikeringkan baik dengan oven (untuk tembaga dan timbal) maupun cukup diangin-anginkan saja (untuk arsen) kemudian digiling menjadi serbuk dan kemudian didestruksi. Hasil destruksi untuk identifikasi arsen, tembaga dan timbal berupa larutan bening berwarna hijau jernih baik untuk daun maupun batang.

4. Penentuan arsen, tembaga dan timbal dalam sampel

a. Arsen

Kadar arsen dapat ditentukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan alat tambahan *Hollow Cathode Lamp* (HCL) dan alat *Hydride Vapor Generator* (HVG) beserta larutan pereduksinya, yaitu HCL 5M dan NaBH_4 0,4%. Kadar arsen

pada bayam hijau dan kangkung darat baik daun maupun batang tidak terdeteksi. Data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada tabel 8 dan 9.

b. Tembaga

Kadar tembaga ditentukan dengan bantuan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan tambahan *Hollow Cathode Lamp* (HCL). Kadar rata-rata tembaga dalam daun bayam hijau dari kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern Depok, dan kawasan industri Pulogadung berturut-turut adalah 0,6152; 0,3205; dan 0,3373 ppm dengan hasil konversi dalam mg/kg berturut-turut adalah 6,15; 3,20; dan 3,37 mg/kg. Sedangkan kadar rata-rata pada batang bayam hijau adalah 0,4395; 0,3587; dan 0,2869 ppm dengan hasil konversi dalam mg/kg berturut-turut adalah 4,38; 3,58; dan 2,87 mg/kg. Data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 17.

Kadar rata-rata tembaga dalam daun kangkung darat dari tiga daerah yang berbeda, yaitu kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern daerah Depok, dan kawasan industri Pulogadung berturut-turut adalah 0,6868; 0,8464; dan 0,6697 ppm dengan hasil konversi dalam mg/kg berturut-turut adalah 6,86; 8,45; dan 6,69 mg/kg. Sedangkan pada batang kangkung darat berturut-turut adalah 0,5449; 0,5513; dan 0,5558 ppm dengan hasil konversi dalam mg/kg berturut-turut adalah 5,44; 5,51; dan 5,55 mg/kg. data atau hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 18.

c. Timbal

Kadar timbal dalam sampel menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan tambahan *Hollow Cathode Lamp* (HCL). Penentuan kadar timbal dalam daun dan batang bayam hijau. Kadar rata-rata timbal dalam daun bayam hijau dari tiga daerah yang berbeda, yaitu kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern daerah depok, dan kawasan industri Pulogadung berturut-berturut adalah 0,3476; 0,3660; dan 0,5726 ppm dengan hasil konversi dalam mg/kg berturut-turut adalah 1,75; 1,83; dan 2,86 mg/kg. Sedangkan kadar rata-rata timbal dalam batang bayam hijau berturut-berturut adalah 0,2772; 0,3202; dan 0,3600 ppm dengan hasil konversi dalam mg/kg berturut-turut adalah 1,38; 1,60; dan 1,80 mg/kg. Data dan hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 26.

Kadar rata-rata timbal dalam daun kangkung darat dari tiga daerah yang berbeda, yaitu kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern daerah depok, dan kawasan industri Pulogadung berturut-berturut adalah 0,3019; 0,3827; dan 0,5526 ppm dengan hasil konversi dalam mg/kg berturut-turut adalah 1,51; 1,91; dan 2,76 mg/kg. Sedangkan kadar rata-rata timbal dalam batang kangkung darat berturut-berturut adalah 0,3739; 0,3630; dan 0,4878 ppm dengan hasil konversi dalam mg/kg berturut-turut adalah 1,87; 1,81; dan 2,44 mg/kg. Data dan hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 27.

B. PEMBAHASAN

Sampel bayam dan kangkung diambil dari tiga daerah berbeda yaitu kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern Depok serta daerah kawasan industri Pulogadung. Pengambilan sampel dari kondisi lapangan sehingga kandungan logam yang diperiksa dapat dideteksi dalam kondisi alamiah. Dalam penelitian ini tidak dilakukan pengambilan sampel dari kondisi yang sama sekali bebas polusi, seperti kondisi dalam rumah kaca karena kondisi dan fasilitas yang tidak memungkinkan. Tujuan dari penelitian ini adalah mengidentifikasi adanya cemaran, menetapkan kadar arsen (As), tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam batang dan daun bayam serta kangkung dari tiga daerah yang berbeda, yaitu daerah kawasan industri pulogadung, pasar swalayan modern daerah depok dan kampung Bolang-Tangerang serta mengetahui layak atau tidaknya sampel tersebut untuk dikonsumsi oleh manusia.

Pada penelitian ini penulis mengalami beberapa kesulitan yaitu dalam menganalisis sampel dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), sampel harus dalam keadaan terlarut dan jernih karena bila tidak terlarut dan jernih dapat menyumbat alat sehingga sampel tidak dapat diubah menjadi bentuk atom dan sulit untuk dideteksi. Selain itu, SSA dan HVG yang digunakan merupakan alat yang sangat sensitif dan menggunakan gas pembakar sehingga penggunaannya harus hati-hati.

Adapun tahapan untuk menetapkan kadar cemaran logam dalam sampel dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) adalah sebagai berikut:

1. Identifikasi cemaran logam dalam sampel

Identifikasi adanya cemaran logam di dalam sampel dilakukan terlebih dahulu sebelum memvalidasi metode. Identifikasi Untuk analisis logam berat tidak dilakukan secara semimikro dengan reaksi warna karena kadar logam berat dalam sampel yang diperiksa terlalu kecil untuk analisis tersebut. Pemeriksaan dengan SSA yang dilakukan untuk logam tertentu bersifat spesifik. Selain itu pemeriksaan dengan SSA yang dilakukan sekaligus dapat digunakan untuk analisis secara kualitatif.

2. Pembuatan larutan standar

Larutan standar yang digunakan untuk pembuatan kurva kalibrasi serta digunakan dalam validasi metode adalah larutan standar 1000 ppm. Pengenceran dilakukan dengan sangat hati-hati karena logam berat arsen, tembaga, dan timbal bersifat karsinogenik bagi tubuh. Selain itu, pengenceran dari larutan standar logam harus dilakukan dengan sangat teliti karena pengenceran dilakukan hingga konsentrasi sangat kecil yaitu ppm (part per milion) atau dapat juga sampai tingkat ppb (part per

billion), sehingga bila ada sedikit kesalahan dalam pengenceran bisa mempengaruhi serapan yang terdeteksi.

3. Validasi metode analisis

Validasi metode merupakan suatu proses pembuktian melalui pengujian analisis di laboratorium untuk memberikan data-data tentang kehandalan suatu metode dari suatu prosedur yang digunakan. Pada penelitian ini dilakukan beberapa parameter untuk memvalidasi pengembangan metode, parameter yang pertama adalah pembuatan kurva kalibrasi dan uji linearitas. Uji Linearitas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi yang dapat menghasilkan persamaan garis regresi serta nilai koefisien determinasi yang digunakan untuk mengetahui hubungan antara konsentrasi larutan baku arsen, tembaga, dan timbal dengan nilai absorpsi yang dihasilkan dengan persamaan $y = a + bx$.

Pada arsen, tembaga, maupun timbal dibuat 6 buah larutan standar yang secara berurutan menghasilkan $r = 0,9994$; $0,9999$; dan $0,9999$. Hasil koefisien korelasi (r) yang dihasilkan ketiganya memenuhi syarat dengan nilai r mendekati 1. Sehingga metode ini dapat digunakan untuk menganalisa arsen, tembaga, dan timbal dengan hasil yang baik.

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) didapatkan dari kurva kalibrasi dengan perhitungan matematika. Pada arsen

didapatkan LOD = 0,0152 ppb dan LOQ = 0,0507 ppb. Pada tembaga didapatkan LOD = 0,0223 ppm dan LOQ = 0,0743 ppm. Sedangkan pada timbal didapatkan LOD = 0,1252 ppm dan LOQ = 0,4174 ppm.

Parameter lain adalah uji keseksamaan atau uji presisi. Uji presisi dikatakan memenuhi syarat apabila didapatkan koefisien variasi (KV) kurang dari 2%. Pada arsen uji presisi tidak dilakukan karena tidak terdeteksinya logam tersebut dalam sampel. Sedangkan uji presisi pada logam tembaga dan timbal memenuhi syarat karena nilai KV kurang dari 2% dari masing-masing konsentrasi baik pada konsentrasi rendah, sedang ataupun tinggi.

Parameter terakhir adalah uji akurasi atau uji perolehan kembali (UPK). UPK perlu dilakukan untuk mengukur ketepatan hasil dari analisis yang dilakukan. UPK dilakukan dengan metode adisi atau metode dengan penambahan bahan baku. Pemilihan metode adisi dikarenakan tidak memungkinkannya UPK dengan metode simulasi karena matriks tembaga dan timbal dalam sampel tidak diketahui seperti obat-obatan atau tidak adanya blanko yang tidak mengandung tembaga dan timbal sama sekali.

Hasil UPK untuk logam tembaga dan timbal pada daun, batang bayam hijau dan kangkung darat dengan menggunakan metode destruksi HNO_3 pekat didapatkan hasil baik pada semua sampel untuk analisis kedua logam tersebut. Walaupun pada UPK

keduanya ada beberapa yang berkisar antar 88–95%. Hasil UPK ini dapat diterima karena analit yang dianalisis mempunyai konsentrasi yang teramat kecil.

4. Penetapan kadar arsen dan timbal dalam daun, batang bayam hijau serta kangkung darat.

- a. Penyiapan sampel

Sampel yang diambil tidak mengalami proses pencucian karena sampel yang diperoleh mengalami proses pelayuan akibat jarak antara tempat pengambilan sampel dan laboratorium analisis yang lumayan jauh. Oleh karena tidak adanya proses pencucian pada sampel maka kemungkinan kadar timbal meningkat karena timbal menempel pada permukaan daun.

Dalam penyiapan sampel untuk analisis terlebih dahulu dilakukan proses destruksi untuk mengubah sampel dari bentuk serbuk menjadi larutan jernih. Penggunaan asam nitrat pekat pada penelitian ini dimaksudkan untuk melarutkan logam-logam serta menghancurkan jaringan.

- b. Penetapan kadar arsen pada sampel

Arsen tidak terdeteksi pada sampel daun dan batang bayam hijau. Sama halnya pada bayam hijau, pada daun dan kangkung darat juga tidak terdeteksi adanya cemaran arsen. Cemaran arsen

tidak ditemukan pada sampel kemungkinan diakibatkan pada saat destruksi suhu terlalu tinggi sehingga arsen menguap sebelum terdeteksi pada pengukuran dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

c. Penetapan kadar tembaga pada sampel

Cemaran tembaga terdeteksi pada semua sampel baik pada bayam hijau maupun pada kangkung darat yang diambil dari tiga daerah yang berbeda. Batas cemaran maksimal tembaga dalam sayuran dan hasil olahannya menurut Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia dalam kumpulan peraturan perundang-undangan di bidang makanan dan minuman tahun 1998 yaitu 5,0 mg/kg. Diketahui pada sampel daun bayam dari kampung Bolang-Tangerang, Daun dan batang kangkung dari kampung Bolang-Tangerang, pasar swalayan modern Depok, serta daerah kawasan industri Pulogadung mengandung cemaran tembaga melebihi batas yang diperbolehkan. Sedangkan untuk sampel daun dan batang bayam hijau pasar swalayan modern Depok, daerah kawasan industri Pulogadung, serta batang bayam hijau kampung Bolang-Tangerang masih memenuhi batas yang diperbolehkan. Tingginya kadar logam tembaga diakibatkan oleh pemakaian pupuk yang mengandung logam tembaga secara berlebihan sehingga menyebabkan akumulasi logam tersebut pada sampel.

d. Penetapan kadar timbal pada sampel

Cemaran timbal terdeteksi pada semua sampel baik pada daun maupun bayam hijau dan kangkung darat yang beredar di tiga daerah berbeda. Batas cemaran maksimal timbal dalam sayuran dan hasil olahannya menurut Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia dalam kumpulan peraturan perundang-undangan di bidang makanan dan minuman tahun 1998 yaitu 2,0 mg/kg. Diketahui pada sampel daun bayam, daun dan batang kangkung darat yang berasal dari daerah kawasan Pulogadung mengandung cemaran timbal melebihi batas yang diperbolehkan. Sedangkan untuk sampel daun dan batang bayam hijau pasar swalayan modern Depok, kampung Bolang-Tangerang, batang bayam hijau daerah kawasan industri, daun serta batang kangkung darat pasar swalayan modern Depok dan kampung Bolang-Tangerang masih memenuhi batas yang diperbolehkan. Tingginya kadar logam timbal dalam sampel dikarenakan tingginya asap-asap kendaraan bermotor. Seperti diketahui bahwa bahan bakar kendaraan bermotor mengandung logam timbal.

Kandungan logam berat tembaga maupun timbal dalam sampel bervariasi baik yang berasal dari lokasi yang berbeda maupun pada daun dan batang disebabkan adanya perbedaan derajat polusi dari setiap lokasi. Faktor lain yang mungkin

menyebabkan perbedaan kandungan logam-logam tersebut adalah penggunaan pupuk yang berlebihan, air siraman yang terpolusi dan interaksi logam-logam dalam tanah yang kesemuanya menyebabkan kadar logam yang masuk ke dalam bayam hijau serta kangkung darat menjadi bervariasi. Variasi kandungan logam juga terdapat pada daun maupun batang dimana daun memiliki kandungan logam lebih tinggi dibandingkan pada batang. Hal tersebut terjadi karena jaringan-jaringan yang terdapat di sekitar daun menyerap bahan organik, anorganik dan serta cemaran logam berat yang berawal dari daun kemudian ke batang.



BAB V

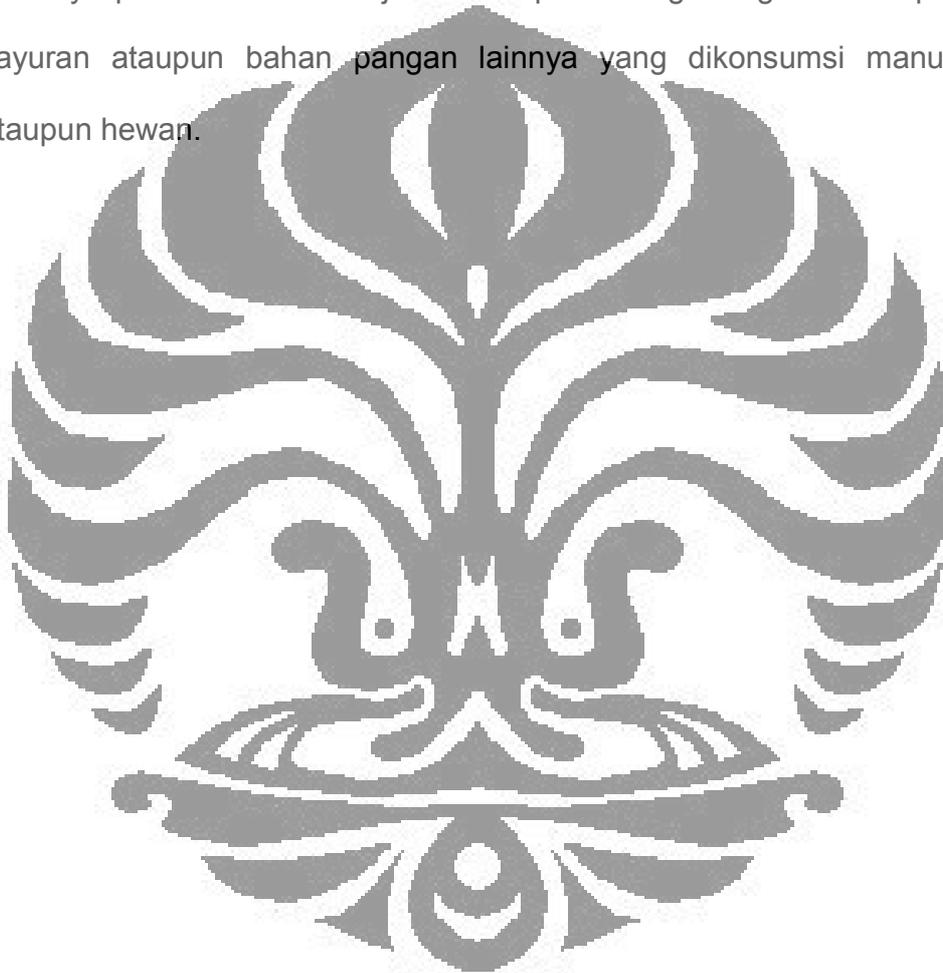
KESIMPULAN DAN SARAN

A. KESIMPULAN

1. Cemaran arsen tidak terdeteksi dalam daun, batang bayam hijau dan daun, batang kangkung darat. Sedangkan cemaran tembaga dan timbal terdeteksi dalam seluruh sampel.
2. Cemaran tembaga pada daun bayam dari kampung Bolang-Tangerang, daun dan batang kangkung darat dari tiga lokasi tidak layak dikonsumsi. Sedangkan untuk cemaran timbal, pada daun bayam hijau, daun dan batang kangkung darat dari daerah kawasan industri Pulogadung tidak layak untuk dikonsumsi sesuai dengan ketentuan batas cemaran logam dalam sayuran yang ditetapkan oleh Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia.

B. SARAN

1. Sayur-mayur dan buah-buahan yang dikonsumsi sebaiknya ditanam pada lokasi yang jauh dari polusi (udara, tanah, dan air) serta perlunya pengurangan penggunaan pupuk yang berlebihan.
2. Perlunya penelitian lebih lanjut terhadap kandungan logam berat pada sayuran ataupun bahan pangan lainnya yang dikonsumsi manusia ataupun hewan.



DAFTAR ACUAN

1. Anonim. *Empat Sehat Lima Sempurna yang Telah Disempurnakan*. http://www.gizi.net/cgi_, 20 Juli 2009, pk. 16.30.
2. Anonim. *Manfaat Sayuran Hijau*. <http://www.hd.co.id/info-kesehatan/manfaat-sayuran-hijau>, 21 Juli 2009, pk. 15.30.
3. Anonim. *Bahaya Logam Berat Pada Makanan*. <http://www.bmf.litbang.depkes.go.id>, 29 Juli 2009, pk. 16.00.
4. Anonim. *Tentang Bayam*. <http://ilmupedia.com>, 24 Juli 2009, pk. 15.00.
5. Anonim. *Bayam*. <http://one.indoskripsi.com>, 25 Juli 2009, pk. 16.00.
6. Anonim. *Informasi Spesies Bayam Tahun*. <http://www.plantamor.com>, 25 Juli 2009, pk. 17.05.
7. Direktorat Gizi Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1981. *Daftar Komposisi Bahan Makanan*. Jakarta: Bhratara Karya Aksara.
8. Anonim. *Kangkung "Selain Sebagai Penehang, juga Atasi Pendarahan"*. <http://www.obesitas.web.id>, 29 Juli 2009, pk. 08.41.
9. Anonim. *Informasi Spesies Kangkung Darat*. <http://www.plantamor.com>, 25 Juli 2009, pk. 17.10.
10. Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-PRESS.

11. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1998. *Kumpulan Peraturan Perundang-undangan di Bidang Makanan dan Minuman*. Jakarta: Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan.
12. Ganjar, Ibnu Gholib, dan Abdul Rohman. 2007. *Kimia farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
13. Harmita. 2006. *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Departemen Farmasi FMIPA UI. Jakarta: Cipta Kreasi Bersama.
14. Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi metode dan Cara Perhitungannya*. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. I (3): 117-135.
15. Ulfah, Mariyah. 2009. *Identifikasi Arsen dan Timbal dalam Daun Teh Segar dan Minuman Teh Kemasan yang Beredar di Depok dengan Spektrofotometri Serapan Atom*. Depok: Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia.
16. Sartika, Ananto Prasetyo Ary. 2002. *Profil Kandungan Merkuri (Hg) dan Tembaga (Cu) dalam Daging Kupang Beras (Tellina versicolor)*. Jember: Departemen Kimia FMIPA Universitas Jember.
17. Yuliana, Riva Martha. 2005. *Penetapan Kadar Kadmium (Cd) dan Plumbum (Pb) pada Daun dan Batang Tanaman Kangkung Darat Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Jakarta: Fakultas Farmasi Universitas Pancasila.
18. Anonim. 2005. *Digestion Application Note DG-FO-62*. Milestone Microwave Laboratory Sistem.
19. Arifin, Z, Darmono, Agus S, dan Rina P. 2006. *Validasi Metode Analisis Logam Copper (Cu) dan Plumbum (Pb) dalam Jagung dengan Cara Spektrofotometer Serapan Atom*. Jakarta: Fakultas Farmasi Universitas Pancasila.

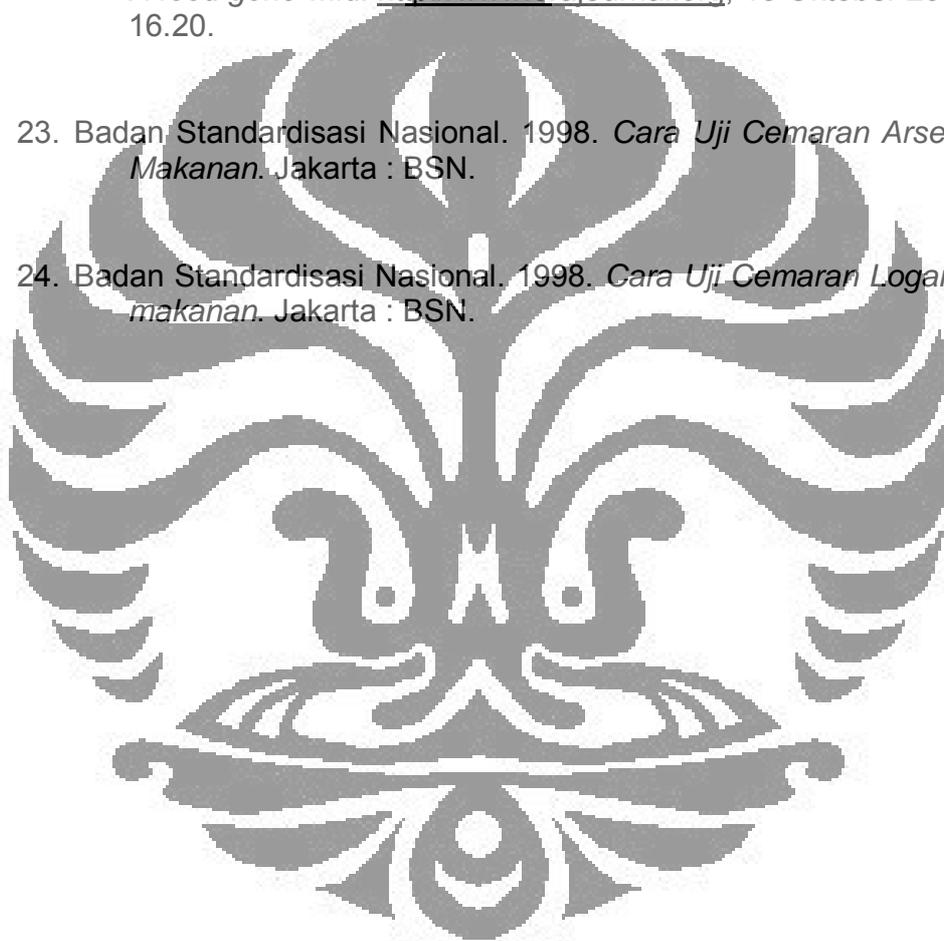
20. Anonim. *SNI 01-3556-2000/Rev.9*. <http://www.pom.go.id>, 3 Agustus 2009, pk. 16.30.

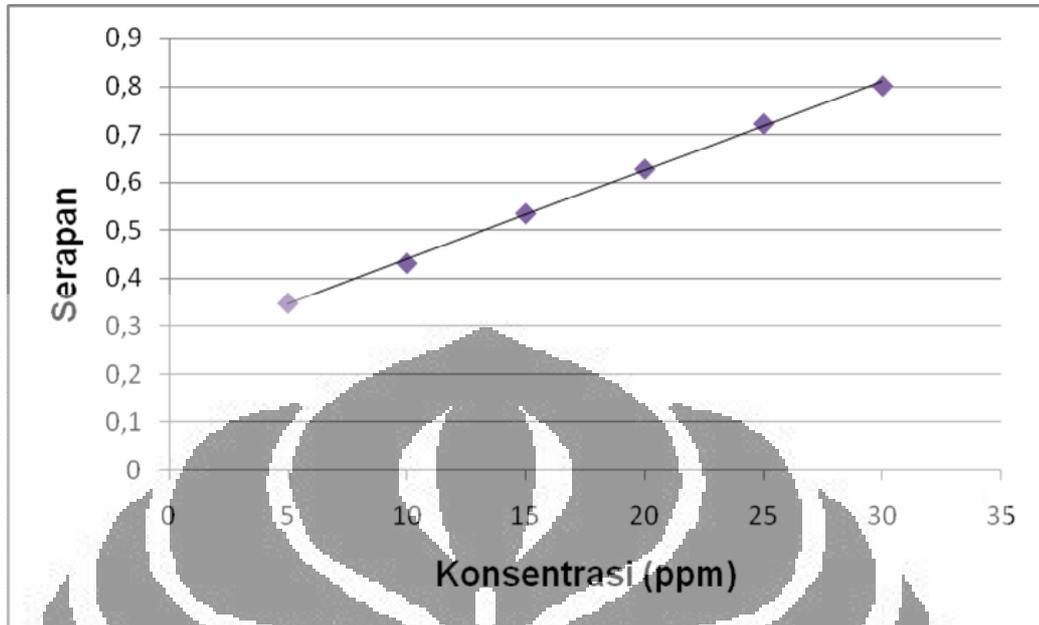
21. Anonim. *Limbah B3 dan Kesehatan*. <http://www.dinkesjatim.go.id>, 4 Agustus 2009, pk. 11.30.

22. Austin, Daniel F. *Water Spinach (Ipomoea aquatica, Convolvulaceae) A food gone wild*. <http://www.erajournal.org>, 18 Oktober 2009 pk. 16.20.

23. Badan Standardisasi Nasional. 1998. *Cara Uji Cemaran Arsen dalam Makanan*. Jakarta : BSN.

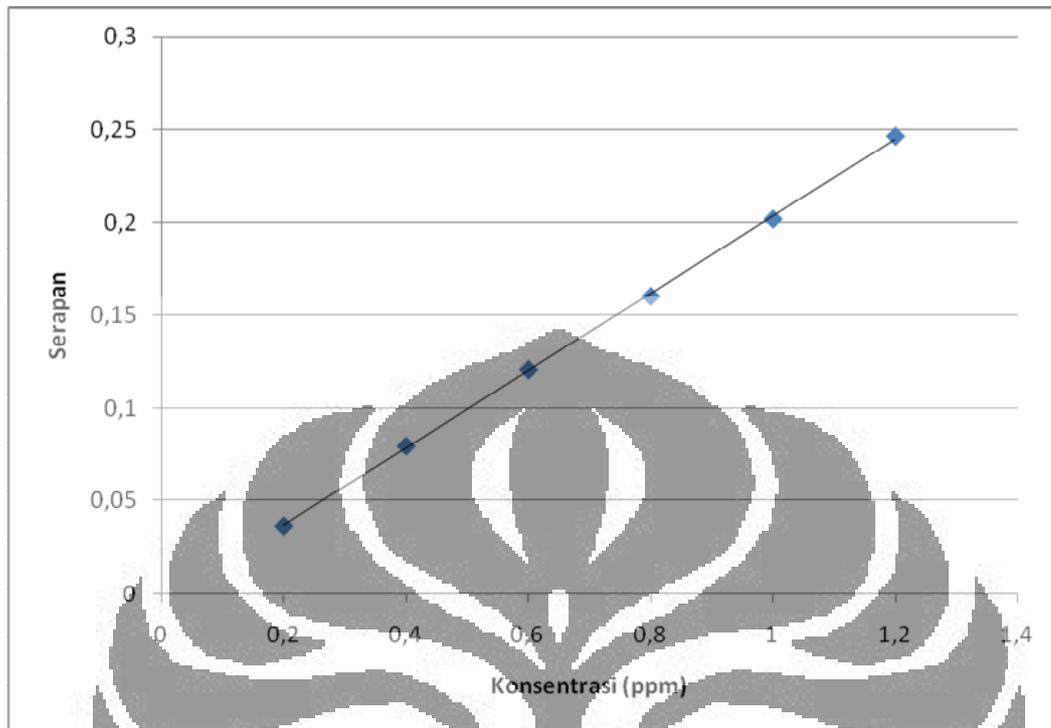
24. Badan Standardisasi Nasional. 1998. *Cara Uji Cemaran Logam dalam makanan*. Jakarta : BSN.





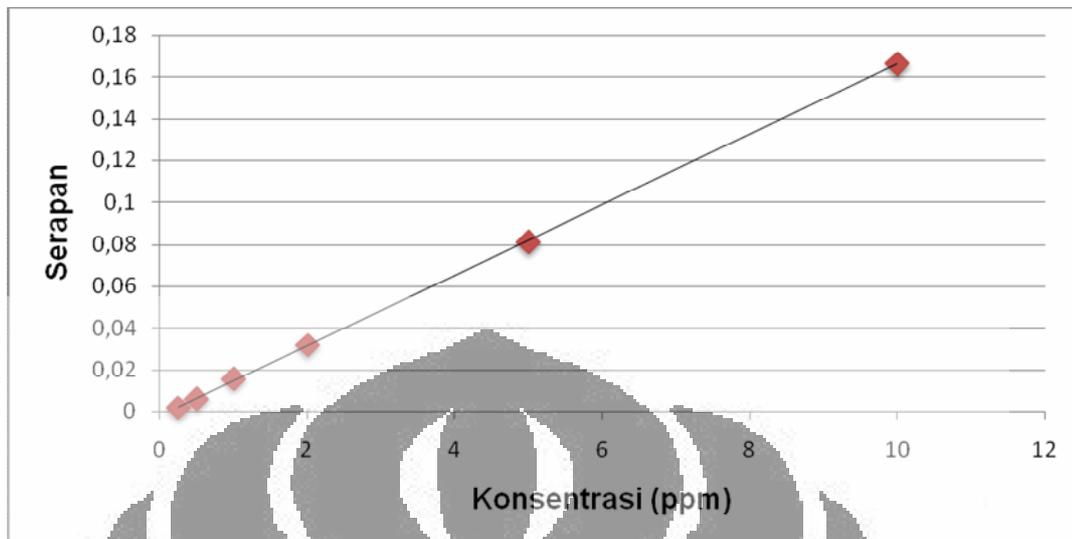
Gambar 3. Kurva kalibrasi arsen

Persamaan kurva kalibrasi: $y = 0,018429x + 0,255533$ dengan koefisien korelasi, r , adalah 0,9994.



Gambar 4. Kurva kalibrasi tembaga

Persamaan kurva kalibrasi: $y = 0,20789x + 0,004420$ dengan koefisien korelasi, r , adalah 0,9999



Gambar 5. Kurva kalibrasi timbal

Persamaan kurva kalibrasi: $y = 0,016819x + 0,0019445$ dengan koefisien korelasi, r , adalah 0,9999



Gambar 6. Spektrofotometer Serapan Atom (Shimadzu AA-6300)



Gambar 7. Hydride Vapor Generator (HVG)



Gambar 8. Unit-unit SSA

Keterangan :

- | | |
|-------------------------|---------------------------|
| 1. Tempat cahaya keluar | 7. Drain Sensor |
| 2. Absorption cell | 8. Drain tank |
| 3. Burner Head | 9. Saluran tempat buangan |
| 4. Spray Chamber | |
| 5. Nebulizer | |
| 6. Saluran masuk sampel | |



Gambar 9. Gas yang Digunakan

Keterangan:

- a. Gas asetilen
- b. Gas argon

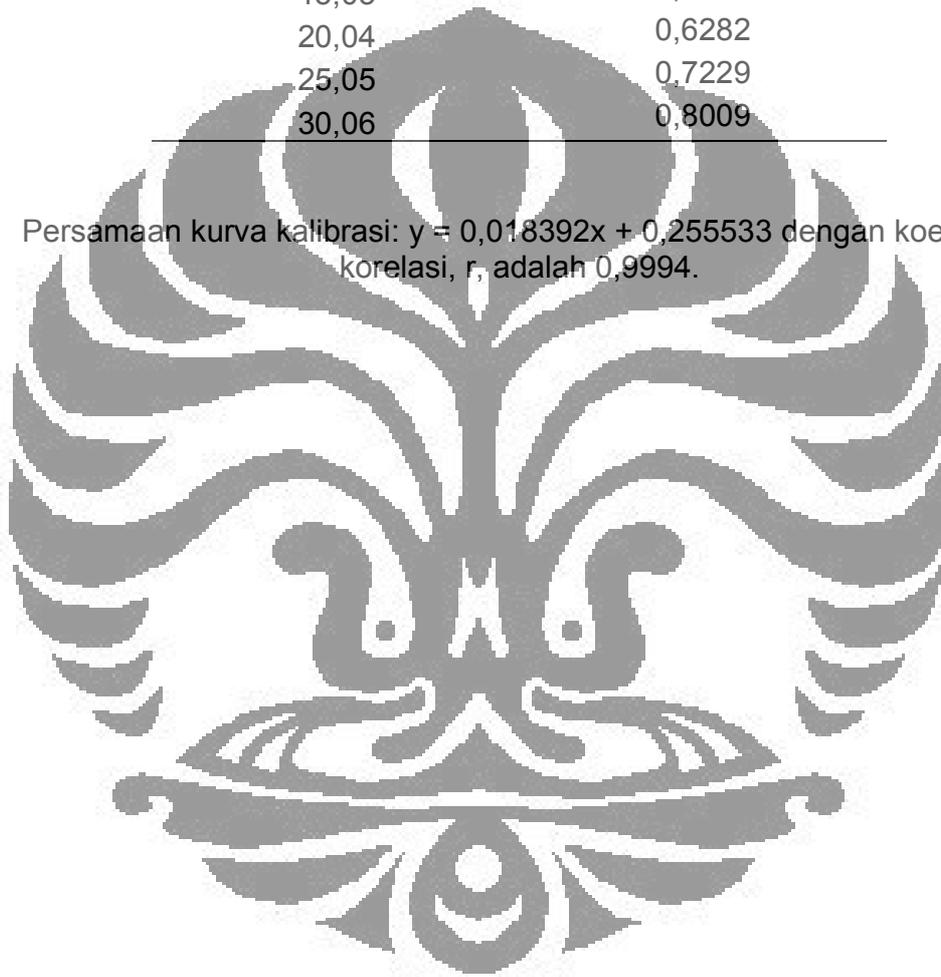


Gambar 10. *Microwave digestion system*

Tabel 6
Kuva kalibrasi arsen

Konsentrasi (ppb)	Serapan
5,01	0,3490
10,02	0,4321
15,03	0,5351
20,04	0,6282
25,05	0,7229
30,06	0,8009

Persamaan kurva kalibrasi: $y = 0,018392x + 0,255533$ dengan koefisien korelasi, r , adalah 0,9994.



Tabel 7
Hasil perhitungan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) arsen

Konsentrasi (ppb)	Serapan (y)	y_i	$(y-y_i)^2$
5,01	0,3490	0,3477	$1,69 \times 10^{-6}$
10,02	0,4321	0,4398	$5,93 \times 10^{-5}$
15,03	0,5351	0,5320	$9,61 \times 10^{-5}$
20,04	0,6282	0,6241	$1,68 \times 10^{-5}$
25,05	0,7229	0,7163	$4,36 \times 10^{-5}$
30,06	0,8009	0,8084	$5,63 \times 10^{-5}$
		Jumlah	$1,87 \times 10^{-4}$

$S(y/x) = 0,0000935$
 $V_{xo} = 0,03\%$
 Batas deteksi (LOD) = 0,0152 ppb
 Batas kuantitasi (LOQ) = 0,0507 ppb

Tabel 8
Tabel penetapan kadar arsen dalam daun dan batang bayam hijau

Sampel	Serapan	Kadar (ppb)
Daun Bayam Swalayan	0,1562	Tidak terdeteksi
	0,1679	Tidak terdeteksi
Daun Bayam Tangerang	0,1789	Tidak terdeteksi
	0,1881	Tidak terdeteksi
Daun Bayam Pulogadung	0,1938	Tidak terdeteksi
	0,1887	Tidak terdeteksi
Batang Bayam Swalayan	0,1446	Tidak terdeteksi
	0,1457	Tidak terdeteksi
Batang Bayam Tangerang	0,1446	Tidak terdeteksi
	0,1457	Tidak terdeteksi
Batang Bayam Pulogadung	0,1550	Tidak terdeteksi
	0,1559	Tidak terdeteksi

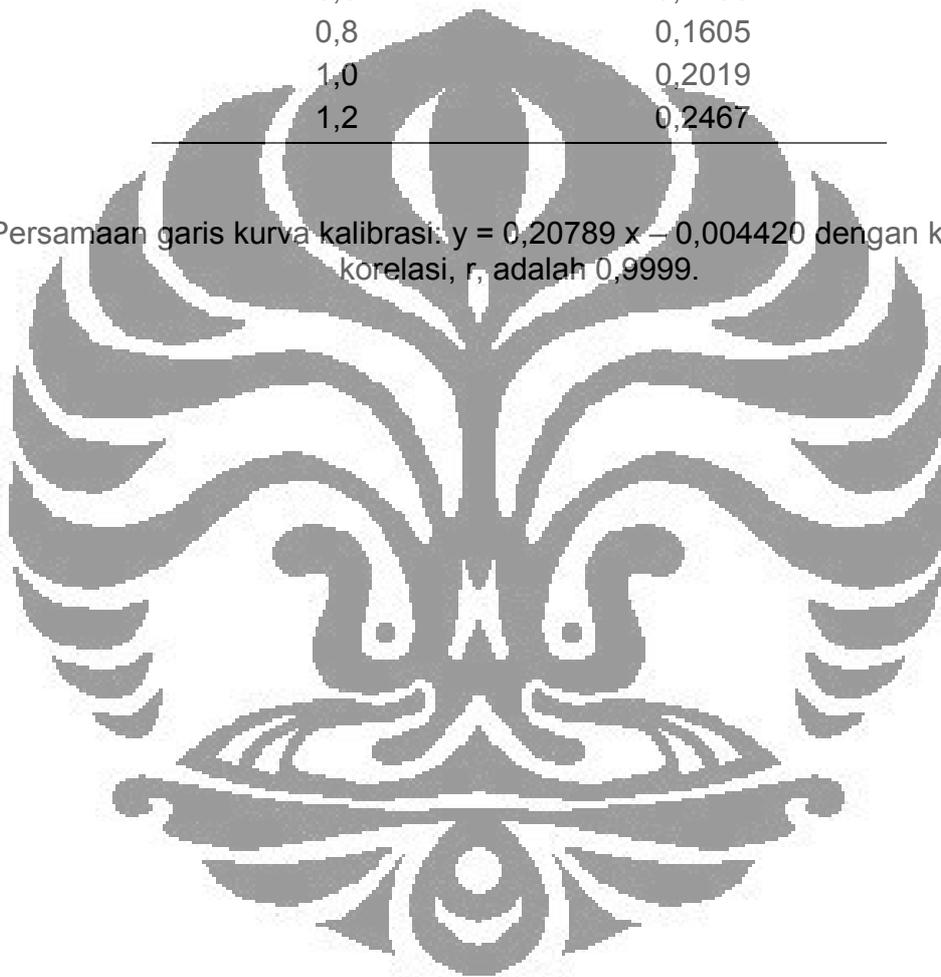
Tabel 9
Tabel penetapan kadar arsen dalam
daun dan batang kangkung darat

Sampel	Serapan	Kadar (ppb)
Daun Kangkung Swalayan	0,1679	Tidak terdeteksi
	0,1672	Tidak terdeteksi
Daun Kangkung Tangerang	0,1886	Tidak terdeteksi
	0,1891	Tidak terdeteksi
Daun Kangkung Pulogadung	0,1838	Tidak terdeteksi
	0,1787	Tidak terdeteksi
Batang Kangkung Swalayan	0,1464	Tidak terdeteksi
	0,1487	Tidak terdeteksi
Batang Kangkung Tangerang	0,1472	Tidak terdeteksi
	0,1468	Tidak terdeteksi
Batang Kangkung Pulogadung	0,1560	Tidak terdeteksi
	0,1587	Tidak terdeteksi

Tabel 10
Data kurva kalibrasi tembaga

Konsentrasi (ppb)	Serapan
0,2	0,0368
0,4	0,0799
0,6	0,1208
0,8	0,1605
1,0	0,2019
1,2	0,2467

Persamaan garis kurva kalibrasi: $y = 0,20789 x - 0,004420$ dengan koefisien korelasi, r , adalah 0,9999.



Tabel 11
Hasil perhitungan batas deteksi (LOD)
dan batas kuantitasi (LOQ) tembaga

Konsentrasi (ppb)	Serapan (y)	y_i	$(y-y_i)^2$
0,2	0,0368	0,0372	$1,6 \times 10^{-7}$
0,4	0,0799	0,0787	$1,44 \times 10^{-6}$
0,6	0,1208	0,1203	$2,5 \times 10^{-7}$
0,8	0,1605	0,1620	$2,25 \times 10^{-6}$
1,0	0,2019	0,2035	$2,56 \times 10^{-6}$
1,2	0,2467	0,2450	$2,89 \times 10^{-6}$
		Jumlah	$9,55 \times 10^{-6}$

$S(y/x) = 0,001545$
 $V_{xo} = 1,06\%$
 Batas deteksi (LOD) = 0,0223 ppm
 Batas kuantitasi (LOQ) = 0,0743 ppm

Tabel 12
Hasil uji presisi tembaga

Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi Rata-rata (ppm)	Simpangan Baku (SD)	Koefisien Variasi (%) (KV)
0,2	0,0382	0,2052	0,2039	0,00251	1,23
	0,0378	0,2041			
	0,0382	0,2052			
	0,0381	0,2046			
	0,0368	0,1988			
	0,0382	0,2052			
0,6	0,1204	0,5958	0,5920	0,00341	0,58
	0,1205	0,5963			
	0,1193	0,5904			
	0,1191	0,5894			
	0,1196	0,5919			
	0,1188	0,5880			
1,2	0,2263	1,1123	1,1378	0,01384	1,22
	0,2329	1,1445			
	0,2323	1,1416			
	0,2307	1,1338			
	0,2325	1,1425			
	0,2345	1,1523			

Tabel 13
Hasil uji perolehan kembali tembaga pada daun bayam

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppb)	C2 (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
0,2	0,0385	-	-	0,2075	89,40
	0,0921	-	0,5023	-	
	0,0632	0,3168	-	-	
	0,0377	-	-	0,2031	91,63
	0,0955	-	0,5205	-	
	0,0668	0,3344	-	-	
	0,0388	-	-	0,2086	91,85
	0,0930	-	0,5114	-	
	0,0639	0,3198	-	-	
0,6	0,1107	-	-	0,5485	96,10
	0,1675	-	0,8268	-	
	0,0632	0,3168	-	-	
	0,1033	-	-	0,5124	97,93
	0,1697	-	0,8362	-	
	0,0668	0,3344	-	-	
	0,1105	-	-	0,5475	94,87
	0,1705	-	0,8392	-	
	0,0639	0,3198	-	-	
1,2	0,2295	-	-	1,1279	88,41
	0,2667	-	1,3140	-	
	0,0632	0,3198	-	-	
	0,2232	-	-	1,0972	89,08
	0,2661	-	1,3118	-	
	0,0668	0,3344	-	-	
	0,2221	-	-	1,0918	91,93
	0,2684	-	1,3235	-	
	0,0639	0,3198	-	-	

Keterangan:

- C1 = kadar tembaga pada bagian yang tidak ditambahkan standar
- C2 = kadar tembaga pada bagian yang ditambahkan standar
- S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 14
Hasil uji perolehan kembali tembaga pada batang bayam

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppb)	C2 (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
0,2	0,0385	-	-	0,2075	91,13
	0,0726	-	0,3932	-	
	0,0378	0,2041	-	-	
	0,0377	-	-	0,2031	88,97
	0,0728	-	0,3937	-	
	0,0395	0,2130	-	-	
	0,0388	-	-	0,2086	93,14
	0,0739	-	0,3998	-	
	0,0381	0,2055	-	-	
0,6	0,1107	-	-	0,5485	89,64
	0,1411	-	0,6958	-	
	0,0387	0,2041	-	-	
	0,1033	-	-	0,5124	90,42
	0,1373	-	0,6763	-	
	0,0395	0,2130	-	-	
	0,1105	-	-	0,5475	89,86
	0,1415	-	0,6975	-	
	0,0381	0,2055	-	-	
1,2	0,2295	-	-	1,1279	88,91
	0,2448	-	1,2069	-	
	0,0387	0,2041	-	-	
	0,2232	-	-	1,0972	88,21
	0,2395	-	1,1808	-	
	0,0395	0,2130	-	-	
	0,2221	-	-	1,0918	88,60
	0,2379	-	1,1728	-	
	0,0381	0,2055	-	-	

Keterangan:

- C1 = kadar tembaga pada bagian yang tidak ditambahkan standar
 C2 = kadar tembaga pada bagian yang ditambahkan standar
 S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 15
Hasil uji perolehan kembali tembaga pada daun kangkung

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppb)	C2 (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
0,2	0,0385	-	-	0,2075	89,40
	0,1484	-	0,7998	-	
	0,1242	0,6143	-	-	
	0,0377	-	-	0,2031	94,04
	0,1505	-	0,8082	-	
	0,1248	0,6172	-	-	
	0,0388	-	-	0,2086	92,62
	0,1356	-	0,7285	-	
	0,1080	0,5353	-	-	
0,6	0,1107	-	-	0,5485	90,98
	0,1978	-	1,1133	-	
	0,1242	0,6143	-	-	
	0,1033	-	-	0,5124	90,59
	0,2013	-	1,0814	-	
	0,1248	0,6172	-	-	
	0,1105	-	-	0,5475	89,63
	0,2086	-	1,0260	-	
	0,1080	0,5353	-	-	
1,2	0,2295	-	-	1,1279	89,34
	0,3305	-	1,6220	-	
	0,1242	0,6143	-	-	
	0,2232	-	-	1,0972	88,07
	0,3229	-	1,5385	-	
	0,1248	0,6172	-	-	
	0,2221	-	-	1,0918	93,37
	0,3170	-	1,5547	-	
	0,1080	0,5353	-	-	

Keterangan:

- C1 = kadar tembaga pada bagian yang tidak ditambahkan standar
 C2 = kadar tembaga pada bagian yang ditambahkan standar
 S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 16
Hasil uji perolehan kembali tembaga pada batang kangkung

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppb)	C2 (ppb)	S (ppb)	UPK (%)	
0,2	0,0385	-	-	0,2075	92,58	
	0,1240	-	0,6133	-		
	0,0846	0,4212	-	-		
	0,0377	-	-	0,2031	90,25	
	0,1167	-	0,5772	-		
	0,0790	0,3939	-	-		
	0,6	0,0388	-	-	0,2086	92,43
		0,1102	-	0,5452	-	
		0,0705	0,3524	-	-	
1,2		0,1107	-	-	0,5485	89,23
		0,1849	-	0,9106	-	
		0,0846	0,4212	-	-	
		0,1033	-	-	0,5124	92,29
		0,1706	-	0,8668	-	
		0,0790	0,3939	-	-	
	1,2	0,1105	-	-	0,5475	93,83
		0,1702	-	0,8661	-	
		0,0705	0,3524	-	-	
1,2		0,2295	-	-	1,1279	90,85
		0,2947	-	1,4459	-	
		0,0846	0,4212	-	-	
		0,2232	-	-	1,0972	95,88
		0,2947	-	1,4459	-	
		0,0790	0,3939	-	-	
	1,2	0,2221	-	-	1,0918	94,93
		0,2832	-	1,3889	-	
		0,0705	0,3524	-	-	

Keterangan:

C1 = kadar tembaga pada bagian yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada bagian yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 17
Hasil penetapan kadar tembaga dalam daun dan batang bayam

Sampel	Serapan	Kadar (ppm)	Berat (gram)	Konversi (mg/kg)
Daun Bayam Swalayan	0,0661	0,3559	1,0012	3,55
	0,0595	0,3209	1,0020	3,20
	0,0529	0,2848	1,0022	2,84
Daun Bayam Tangerang	0,1259	0,6289	1,0016	6,28
	0,1212	0,6059	0,9997	6,06
	0,1223	0,6109	1,0008	6,10
Daun Bayam Pulogadung	0,0669	0,3601	1,0002	3,60
	0,0618	0,3330	1,0018	3,32
	0,0595	0,3189	1,0005	3,19
Batang Bayam Swalayan	0,0737	0,3974	0,9989	3,98
	0,0666	0,3588	1,0015	3,58
	0,0593	0,3198	1,0024	3,19
Batang Bayam Tangerang	0,0852	0,4593	1,0032	4,58
	0,0768	0,4139	1,0018	4,13
	0,0826	0,4454	1,0026	4,44
Batang Bayam Pulogadung	0,0543	0,2925	0,9999	2,93
	0,0525	0,2827	1,0006	2,83
	0,0530	0,2856	1,0011	2,85

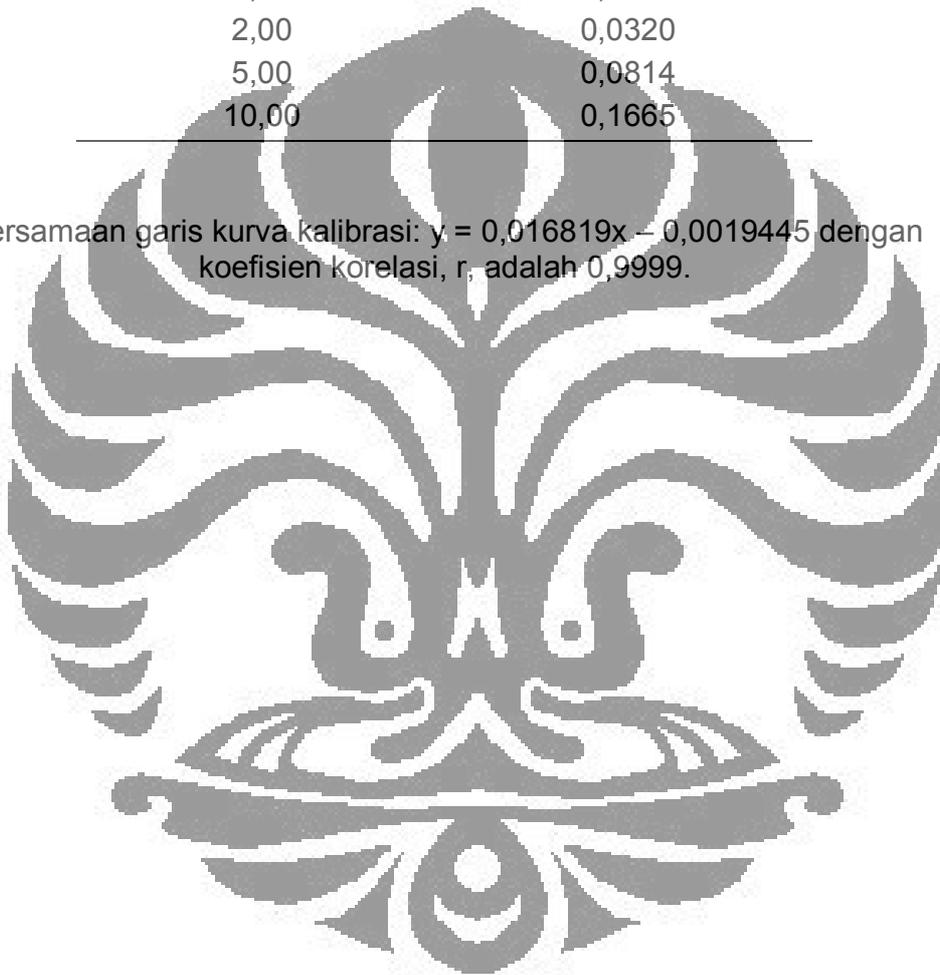
Tabel 18
Hasil penetapan kadar tembaga dalam daun
dan batang kangkung darat

Sampel	Serapan	Kadar (ppm)	Berat (gram)	Konversi (mg/kg)
Daun Kangkung Swalayan	0,1695	0,8422	1,0026	8,40
	0,1741	0,8652	1,0010	8,31
	0,1675	0,8319	1,0007	8,31
Daun Kangkung Tangerang	0,1245	0,6240	0,9998	6,24
	0,1402	0,6965	1,0002	6,96
	0,1448	0,7398	1,0015	7,39
Daun Kangkung Pulogadung	0,1295	0,6502	1,0009	6,50
	0,1383	0,6958	1,0018	6,95
	0,1317	0,7398	1,0011	6,62
Batang Kangkung Swalayan	0,1155	0,5790	0,9988	5,80
	0,1034	0,5189	1,0006	5,19
	0,1109	0,5564	1,0012	5,55
Batang Kangkung Tangerang	0,1165	0,5791	1,0008	5,79
	0,1057	0,5256	1,0010	5,25
	0,1067	0,5301	1,0016	5,29
Batang Kangkung Pulogadung	0,1161	0,5824	1,0009	5,82
	0,1166	0,5851	1,0015	5,84
	0,0996	0,4999	0,9990	5,00

Tabel 19
Kurva kalibrasi timbal

Konsentrasi (ppb)	Serapan
0,25	0,0018
0,50	0,0062
1,00	0,0158
2,00	0,0320
5,00	0,0814
10,00	0,1665

Persamaan garis kurva kalibrasi: $y = 0,016819x - 0,0019445$ dengan koefisien korelasi, r , adalah 0,9999.



Tabel 20
Hasil perhitungan batas deteksi (LOD)
dan batas kuantitasi (LOQ) timbal

Konsentrasi (ppb)	Serapan (y)	y_i	$(y-y_i)^2$
0,25	0,0018	0,0023	$2,5 \times 10^{-7}$
0,50	0,0062	0,0065	9×10^{-8}
1,00	0,0158	0,0149	$8,1 \times 10^{-7}$
2,00	0,0320	0,0317	9×10^{-8}
5,00	0,0814	0,0822	$6,4 \times 10^{-7}$
10,00	0,1665	0,1662	9×10^{-8}
		Jumlah	$1,97 \times 10^{-6}$

$S(y/x) = 0,000702$
 $V_{xb} = 1,34\%$
 Batas deteksi (LOD) = 0,1252 ppm
 Batas kuantitasi (LOQ) = 0,4174 ppm

Tabel 21
Hasil uji presisi timbal

Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi Rata-rata (ppm)	Simpangan Baku (SD)	Koefisien Variasi (%) (KV)
0,25	0,0020	0,2765	0,2737	0,0043	1,57
	0,0020	0,2765			
	0,0020	0,2765			
	0,0019	0,2682			
	0,0019	0,2682			
	0,0020	0,2765			
	0,0020	0,2765			
1,00	0,0160	1,0151	0,5920	0,01483	1,44
	0,0165	1,0468			
	0,0163	1,0343			
	0,0165	1,0468			
	0,0162	1,0215			
	0,0160	1,0151			
	0,0160	1,0151			
10,00	0,1670	10,0012	1,1378	0,9286	0,84
	0,1659	9,9524			
	0,1665	9,9812			
	0,1710	10,2105			
	0,1670	10,0012			
	0,1670	10,0012			
	0,1682	10,0531			

Tabel 22
Hasil uji perolehan kembali daun bayam

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppb)	C2 (ppb)	S (ppb)	UPK (%)		
0,25	0,0019	-	-	0,2682	91,69		
	0,0037	-	0,5627	-			
	0,0022	0,3168	-	-			
	1,00	0,0018	-	-	0,2554	88,72	
		0,0036	-	0,5476	-		
		0,0024	0,3120	-	-		
		10,00	0,0018	-	-	0,2554	90,21
			0,0039	-	0,5932	-	
			0,0028	0,3628	-	-	
1,00			0,0160	-	-	1,0151	99,65
			0,0211	-	1,2268	-	
			0,0022	0,3168	-	-	
	10,00		0,0158	-	-	0,9972	90,77
			0,0210	-	1,2262	-	
			0,0024	0,3210	-	-	
		10,00	0,0162	-	-	1,0215	90,69
			0,0222	-	1,2892	-	
			0,0028	0,3628	-	-	
10,00			0,1667	-	-	9,9938	90,03
			0,1561	-	9,3140	-	
			0,0022	0,3168	-	-	
	10,00		0,1661	-	-	9,9581	90,29
			0,1562	-	9,3118	-	
			0,0024	0,3210	-	-	
		10,00	0,1689	-	-	10,1252	88,50
			0,1563	-	9,3235	-	
			0,0028	0,3628	-	-	

Keterangan:

C1 = kadar tembaga pada bagian yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada bagian yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 23
Hasil uji perolehan kembali batang bayam

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppb)	C2 (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
0,25	0,0019	-	-	0,2682	90,12
	0,0037	-	0,5627	-	
	0,0022	0,3168	-	-	
	0,0018	-	-	0,2554	89,43
	0,0036	-	0,5476	-	
	0,0024	0,3120	-	-	
	0,0018	-	-	0,2554	90,25
	0,0039	-	0,5932	-	
	0,0028	0,3628	-	-	
1,00	0,0160	-	-	1,0151	89,23
	0,0211	-	1,2268	-	
	0,0024	0,3210	-	-	
	0,0158	-	-	0,9972	90,44
	0,0210	-	1,2362	-	
	0,0025	0,3343	-	-	
	0,0162	-	-	1,0215	91,86
	0,0222	-	1,2192	-	
	0,0021	0,2809	-	-	
10,00	0,1667	-	-	9,9938	89,74
	0,1558	-	9,2891	-	
	0,0024	0,3210	-	-	
	0,1661	-	-	9,9581	88,20
	0,1529	-	9,1138	-	
	0,0025	0,3343	-	-	
	0,1689	-	-	10,1252	89,42
	0,1566	-	9,3352	-	
	0,0021	0,2809	-	-	

Keterangan:

- C1 = kadar tembaga pada bagian yang tidak ditambahkan standar
- C2 = kadar tembaga pada bagian yang ditambahkan standar
- S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 24
Hasil uji perolehan kembali daun kangkung

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppb)	C2 (ppb)	S (ppb)	UPK (%)		
0,25	0,0019	-	-	0,2682	95,86		
	0,0038	-	0,5781	-			
	0,0024	0,3210	-	-			
	1,00	0,0018	-	-	0,2554	88,37	
		0,0033	-	0,5022	-		
		0,0020	0,2765	-	-		
		10,00	0,0018	-	-	0,2554	93,77
			0,0036	-	0,5476	-	
			0,0023	0,3081	-	-	
0,25			0,0160	-	-	1,0151	92,78
			0,0217	-	1,2628	-	
			0,0024	0,3210	-	-	
	1,00		0,0158	-	-	0,9972	95,78
			0,0211	-	1,2316	-	
			0,0020	0,2765	-	-	
		10,00	0,0162	-	-	1,0215	93,07
			0,0216	-	1,2588	-	
			0,0023	0,3081	-	-	
0,25			0,1667	-	-	9,9938	91,26
			0,1565	-	9,4413	-	
			0,0024	0,3210	-	-	
	1,00		0,1661	-	-	9,9581	91,43
			0,1555	-	9,3812	-	
			0,0020	0,2765	-	-	
		10,00	0,1689	-	-	10,1252	90,91
			0,1577	-	9,5132	-	
			0,0023	0,3081	-	-	

Keterangan:

C1 = kadar tembaga pada bagian yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada bagian yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 25
Hasil uji perolehan kembali batang kangkung

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppb)	C2 (ppb)	S (ppb)	UPK (%)
0,25	0,0019	-	-	0,2682	91,20
	0,0043	-	0,6450	-	
	0,0030	0,4004	-	-	
	0,0018	-	-	0,2554	90,56
	0,0043	-	0,6450	-	
	0,0031	0,4137	-	-	
	0,0018	-	-	0,2554	95,30
	0,0042	-	0,6298	-	
	0,0029	0,3855	-	-	
1,00	0,0160	-	-	1,0151	91,06
	0,0210	-	1,3248	-	
	0,0030	0,4004	-	-	
	0,0158	-	-	0,9972	95,16
	0,0216	-	1,3626	-	
	0,0031	0,4137	-	-	
	0,0162	-	-	1,0215	95,32
	0,0216	-	1,3592	-	
	0,0029	0,3855	-	-	
10,00	0,1667	-	-	9,9938	90,74
	0,1581	-	9,4691	-	
	0,0030	0,4004	-	-	
	0,1661	-	-	9,9581	90,74
	0,1580	-	9,4494	-	
	0,0031	0,4137	-	-	
	0,1689	-	-	10,1252	88,91
	0,1568	-	9,3875	-	
	0,0029	0,3855	-	-	

Keterangan:

C1 = kadar tembaga pada bagian yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada bagian yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 26
Hasil penetapan kadar timbal dalam daun dan batang bayam

Sampel	Serapan	Kadar (ppm)	Berat (gram)	Konversi (mg/kg)
Daun Bayam Swalayan	0,0028	0,3628	2,0018	1,81
	0,0032	0,4270	2,0026	2,13
	0,0023	0,3081	2,0022	1,54
Daun Bayam Tangerang	0,0023	0,3081	2,0011	1,54
	0,0031	0,4137	1,9998	2,07
	0,0024	0,3210	1,9990	1,65
Daun Bayam Pulogadung	0,0039	0,5929	2,0024	2,96
	0,0039	0,5929	2,0012	2,96
	0,0035	0,5321	2,0016	2,66
Batang Bayam Swalayan	0,0021	0,2809	2,0006	1,40
	0,0026	0,3453	2,0011	1,73
	0,0025	0,3343	2,0008	1,67
Batang Bayam Tangerang	0,0019	0,2682	2,0012	1,34
	0,0018	0,2554	2,0018	1,27
	0,0023	0,3081	2,0021	1,54
Batang Bayam Pulogadung	0,0028	0,3628	2,0009	1,81
	0,0027	0,3586	2,0015	1,79
	0,0027	0,3586	2,0011	1,79

Tabel 27
Hasil penetapan kadar timbal dalam daun dan batang kangkung

Sampel	Serapan	Kadar (ppm)	Berat (gram)	Konversi (mg/kg)
Daun Kangkung Swalayan	0,0029	0,3855	2,0026	1,92
	0,0030	0,4004	2,0030	2,00
	0,0028	0,3628	2,0025	1,81
Daun Kangkung Tangerang	0,0021	0,2809	2,0018	1,40
	0,0022	0,3168	2,0019	1,58
	0,0023	0,3081	2,0028	1,54
Daun Kangkung Pulogadung	0,0035	0,5321	2,0021	2,66
	0,0036	0,5476	2,0019	2,74
	0,0038	0,5781	2,0024	2,89
Batang Kangkung Swalayan	0,0027	0,3586	2,0030	1,79
	0,0031	0,4137	2,0024	2,07
	0,0022	0,3168	2,0025	1,58
Batang Kangkung Tangerang	0,0028	0,3628	2,0028	1,81
	0,0030	0,4004	2,0019	2,00
	0,0027	0,3586	2,0012	1,79
Batang Kangkung Pulogadung	0,0033	0,5022	2,0032	2,51
	0,0031	0,4137	2,0026	2,07
	0,0036	0,5476	2,0018	2,74

Lampiran 1
Cara Memperoleh Persamaan Garis Linier

Persamaan garis $y = a + bx$

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

$$a = \frac{(\sum yi)(\sum xi^2) - (\sum xi)(\sum yi)}{N(\sum xi^2) - (\sum xi)^2}$$

$$b = \frac{N(\sum xi.yi) - (\sum xi)(\sum yi)}{N(\sum xi^2) - (\sum xi)^2}$$

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

$$\text{Batas deteksi} \quad : \quad LOD = \frac{3S(y/x)}{b}$$

$$\text{Batas kuantitasi} \quad : \quad LOQ = \frac{10S(y/x)}{b}$$

Dimana :

1. b diperoleh nilai kemiringan (slope) dari persamaan kurva kalibrasi $y =$

$$bx + a.$$

2. S (y/x) diperoleh dengan rumus : $S(y/x) = \sqrt{\frac{\sum (y - y_i)^2}{n - 2}}$

Contoh :

Persamaan kurva kalibrasi arsen : $y = 0,01872x + 0,26263$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{(0,3531 - 0,3562)^2 + \dots + (0,8191 - 0,8242)^2}{6 - 2}}$$

$$= 0,004$$

$$\text{Batas deteksi arsen : } LOD = \frac{3 \times 0,004}{0,01872} = 0,6411 \text{ ppb}$$

$$\text{Batas kuantitasi arsen : } LOQ = \frac{10 \times 0,004}{0,01872} = 2,137 \text{ ppb}$$

Lampiran 3
Cara Perhitungan Simpangan Baku dan Koefisien Variasi

$$\text{Rata-rata : } \bar{x} = \frac{\sum x}{n}$$

$$\text{Simpangan Baku : } SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (xi - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\text{Koefisien Variasi : } KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Contoh :

Hasil uji presisi arsen 4,9175 ppb

Konsentrasi rata-rata (\bar{x}) = 4,9653 ppb

$$SD = \sqrt{\frac{(4,9175 - 4,9653)^2 + \dots + (4,9341 - 4,9653)^2}{6-1}}$$

$$SD = 0,04$$

$$KV = \frac{0,04}{4,9653} \times 100\%$$

$$= 0,81 \%$$

Lampiran 4
Cara Perhitungan Uji Perolehan Kembali

$$UPK = \frac{C2 - C1}{s} \times 100\%$$

C1 = kadar sampel pada bagian yang tidak ditambah standar

C2 = kadar sampel pada bagian yang ditambah standar

S = kadar standar yang ditambahkan

Contoh :

Kadar timbal pada daun bayam tanpa standar = 0,2806 ppm

Kadar timbal yang ditambahkan standar standar = 0,5432 ppm

Kadar standar yang ditambahkan = 0,2628 ppm

Maka,

$$UPK = \frac{0,5432 - 0,2806}{0,2628} \times 100\% = 99,92\%$$

Certificate of Analysis

Lampiran 5
Sertifikat analisis standar arsen

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 18.11.2009

1.19773.0500 Arsenic standard solution traceable to SRM from NIST
 H_3AsO_4 in HNO_3 0,5 mol/l 1000 mg/l As CertiPUR®

Batch HC754393

Batch Values

Concentration β (As) 1000 mg/l

Determination method: ICP - OES
 (traceable to NIST - SRM 3103a)
 Accuracy of the method: +/- 5 mg/l

Test date (DD.MM.YYYY): 02.05.2007
 Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 30.04.2010

Wolfgang Germand

responsible laboratory manager quality control

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

Certificate of Analysis

Lampiran 6
Sertifikat analisis standar tembaga

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 18.11.2009

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

Specification

Lampiran 7
Sertifikat analisis standar timbal

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 27.11.2009

1.19776.0100 Lead standard solution traceable to SRM from NIST
 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ in HNO_3 0.5 mol/l 1000 mg/l Pb CertiPUR®

Spec. Values

Concentration β (Pb) 990 - 1010 mg/l

*Determination method: Complexometric titration
(traceable to NIST - SRM 682)
Accuracy of the method: +/- 2 mg/l*

Dr. Stefan Frey

responsible laboratory manager quality control

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