

**ANALISIS ARSEN (As) DAN TEMBAGA (Cu)  
DALAM IKAN KEMBUNG BANJAR (*Rastrelliger kanagurta*)  
DARI MUARA ANGKE  
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**DESY KUSUMAWATI**

**0706197231**



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

**DEPOK**

**2010**

**ANALISIS ARSEN (As) DAN TEMBAGA (Cu)  
DALAM IKAN KEMBUNG BANJAR (*Rastrelliger kanagurta*)  
DARI MUARA ANGKE  
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

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

**Sarjana Farmasi**

**Oleh :**

**Desy Kusumawati**

**0706197231**



**DEPOK**

**2010**

**JUDUL : ANALISIS ARSEN (As) DAN TEMBAGA (Cu) DALAM IKAN KEMBUNG BANJAR (*Rastrelliger kanagurta*) DARI MUARA ANGKE SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**NAMA : DESY KUSUMAWATI**

**NPM : 0706197231**

**SKRIPSI INI TELAH DIPERIKSA DAN DISETUJUI**

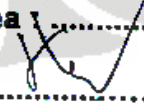
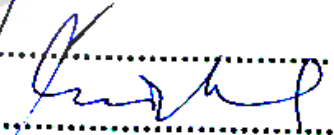
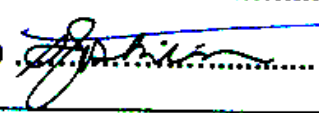
**DEPOK, JANUARI 2010**

  
**Dra. Maryati K. MSI., Apt**

**PEMBIMBING I**

  
**Drs. Umar Mansur MSc., Apt**

**PEMBIMBING II**

<b>Tanggal Lulus Ujian Sidang Sarjana</b> .....	8 Januari 2010
<b>Penguji I : Drs. Hayun, M.Si.</b> .....	
<b>Penguji II : Prof. Dr. Endang Hanani, M.Si.</b> .....	
<b>Penguji III : Dr. Joshita Djajadisastra, MS, PhD</b> .....	

## 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 (As) dan Tembaga (Cu) Dalam Ikan Kembung Banjar (*Rastrelliger kanagurta*) Dari Muara Angke Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

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. Keluarga, mama, zul, ai, dan jami yang tak henti-hentinya memberikan dukungan serta 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 : Tia, Ndith, Bu Ike atas kerjasama, kebaikan, saran, dan masukan. Sahabat-sahabat terbaik : Riqu, Angel, Fitri, Ita, K' Ulfah, Ina dan Damay atas dukungan dan bantuannya demi kelancaran penelitian ini.
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

Penelitian untuk memeriksa kandungan arsen (As) dan tembaga (Cu) dalam daging ikan kembung (*Rastrelliger kanagurta*) segar telah dilakukan dengan menggunakan daging ikan kembung segar yang diambil dari perairan Muara Angke, Teluk Jakarta. Sampel daging ikan kembung yang akan dianalisis arsen terlebih dahulu dikeringkan dengan cara diangin-anginkan kemudian didestruksi dengan  $H_2SO_4$  pekat dan  $HNO_3$  65%, sedangkan yang akan dianalisis tembaga, sampel didestruksi dengan  $HNO_3$  pekat. Sampel yang telah didestruksi dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), sedangkan untuk analisis arsen dilengkapi dengan *Hydride Vapor Generator* (HVG) dengan larutan pereduksi HCl 5M dan  $NaBH_4$  0,4%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada daging ikan kembung terdeteksi tembaga yaitu paling besar 0,1447 ppm serta terkecil 0,1331 ppm dan arsen tidak terdeteksi pada semua sampel.

Kata kunci : Arsen, Tembaga, Daging ikan kembung, Spektrofotometer Serapan Atom, *Hydride Vapor Generator*  
ix + 75 hlm.; gbr.; tab.; lamp  
Bibliografi : 19 (1973-2009)

## ABSTRACT

Study to investigate arsenic and copper contents in mackarel fish (*Rastrelliger kanagurta*) had been done. The study was aimed to inspect fish from Muara angke, Teluk Jakarta. Samples of which arsenic contents were dried first and then destructed by concentrated  $H_2SO_4$  and  $HNO_3$  65%. Samples of which copper contents were destructed by concentrated  $HNO_3$ . Destructed samples were analyzed using Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). Analysis arsenic was fully equipped with Hydride Vapor Generator (HVG) with reagent:  $HCl$  5M and  $NaBH_4$  0,4%. The study result showed that the biggest copper contents in this fish was 0, 1447 ppm and the smallest was 0,1331 ppm. Arsenic was not detected from the samples.

Keywords : Arsenic, Copper, *Rastrelliger kanagurta*, Atomic Absorption Spectrophotometer, Hydride Vapor Generator

ix + 75 pg.; pic.; tab.; encl

Bibliography : 19 (1973-2009)

## DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR.....	i
ABSTRAK.....	iii
ABSTRACT.....	iv
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR GAMBAR.....	vii
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR LAMPIRAN.....	ix
<b>BAB I. PENDAHULUAN</b>	
A. Latar Belakang.....	1
B. Tujuan Penelitian.....	3
<b>BAB II. TINJAUAN PUSTAKA</b>	
A. Ikan kembung.....	4
B. Logam Berat.....	5
C. Preparasi Sampel.....	11
D. Spektrofotometri Serapan Atom.....	12
E. Validasi Metode Analisis.....	23
<b>BAB III. BAHAN, ALAT, DAN CARA KERJA</b>	
A. Bahan.....	29
B. Alat.....	29
C. Cara Kerja.....	30



BAB IV. HASIL PERCOBAAN DAN PEMBAHASAN

A. Hasil Percobaan..... 39

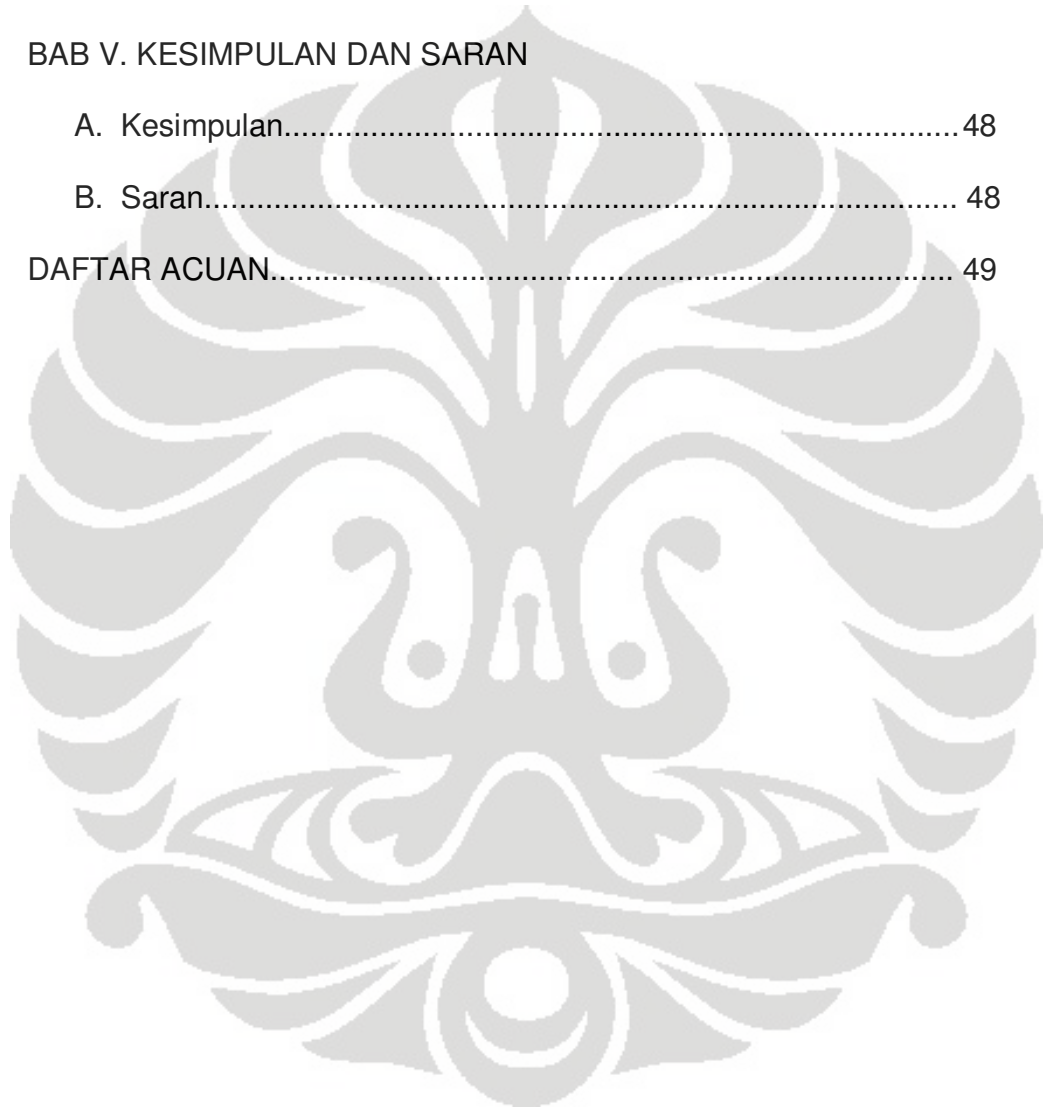
B. Pembahasan..... 42

BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN

A. Kesimpulan..... 48

B. Saran..... 48

DAFTAR ACUAN..... 49



## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Kurva Kalibrasi Standar Arsen.....	52
2. Kurva Kalibrasi Standar Tembaga.....	53
3. Ikan Kembung Banjar.....	54
4. Lampu Katoda Berongga/ <i>Hollow Cathode Lamp</i> (HCL).....	54
5. <i>Microwave Digestion System</i> (Milestone ethos 1).....	54
6. Spektrofotometri Serapan Atom (Shimadzu AA-6300).....	55
7. Hydride Vapor Generator (HVG).....	55
8. Unit-unit SSA.....	56
9. Skema Unit-unit SSA.....	57
10. <i>Hollow Cathode Lamp</i> .....	57

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Tipe-tipe nyala.....	58
2. Data Serapan Standar Arsen Trioksida.....	59
3. Data Serapan Standar Tembaga (II) Nitrat.....	60
4. Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) Arsen.....	61
5. Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) Tembaga.....	62
6. Hasil Uji Presisi Arsen.....	63
7. Hasil Uji Presisi Tembaga.....	64
8. Hasil Uji Perolehan Kembali Tembaga pada Daging Ikan Kembung Segar.....	65
9. Hasil Penetapan Kadar Arsen dalam Daging Ikan Kembung Segar.....	66
10. Hasil Penetapan Kadar Tembaga dalam Daging Ikan Kembung Segar.....	66
11. Rentang Kesalahan yang Diijinkan pada Setiap Konsentrasi Analit pada Matrix.....	67
12. Spesifikasi Persyaratan Ikan Kembung.....	68

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1 Cara Memperoleh Persamaan Garis Linier.....	69
2 Cara Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi.....	70
3 Cara Perhitungan Simpangan Baku dan Koefisien Variasi.....	71
4 Cara Perhitungan Konversi Kadar.....	72
5 Cara Perhitungan Uji Perolehan Kembali.....	73
6 Sertifikat Analisis Larutan Standar Arsen 1000 ppm.....	74
7 Sertifikat Analisis Larutan Standar Tembaga 1000 ppm.....	75

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **A. LATAR BELAKANG**

Perkembangan industri di daerah DKI dan sekitarnya dewasa cukup pesat. Peningkatan jumlah industri ini akan selalu diikuti oleh pertambahan jumlah limbah, baik berupa limbah padat, cair maupun gas. Limbah tersebut mengandung bahan kimia yang beracun dan berbahaya (B3) dan masuk ke Teluk Jakarta melalui 13 DAS yang bermuara ke perairan ini. Pada saat ini terdapat sekitar lima juta jenis bahan kimia yang telah diidentifikasi dan dikenal, 60.000 jenis diantaranya sudah dipergunakan dan ribuan jenis lagi bahan kimia baru setiap tahun diperdagangkan secara bebas. Salah satu dari limbah B3 tersebut adalah logam berat. Kehadiran logam berat tetap mengkhawatirkan, terutama yang bersumber dari pabrik/ industri, dimana logam berat banyak digunakan sebagai bahan baku maupun sebagai bahan penolong. Sifat beracun dan berbahaya dari logam berat ditunjukkan oleh sifat fisik dan kimia bahan baik dari segi kuantitas maupun kuantitasnya. Masuknya limbah ini ke perairan laut telah menimbulkan pencemaran terhadap perairan. Diperkirakan dalam sehari lebih dari 7.000 m<sup>3</sup> limbah cair termasuk diantaranya yang mengandung logam berat yang dibuang melalui empat sungai yang melintasi wilayah Tangerang. Keempat sungai itu adalah Sungai

Cisadane, Cimanceri, Cirarab dan Kali Sabi. Sungai-sungai tersebut bermuara ke Teluk Jakarta, sehingga dapat meningkatkan kadar logam berat dalam air laut.

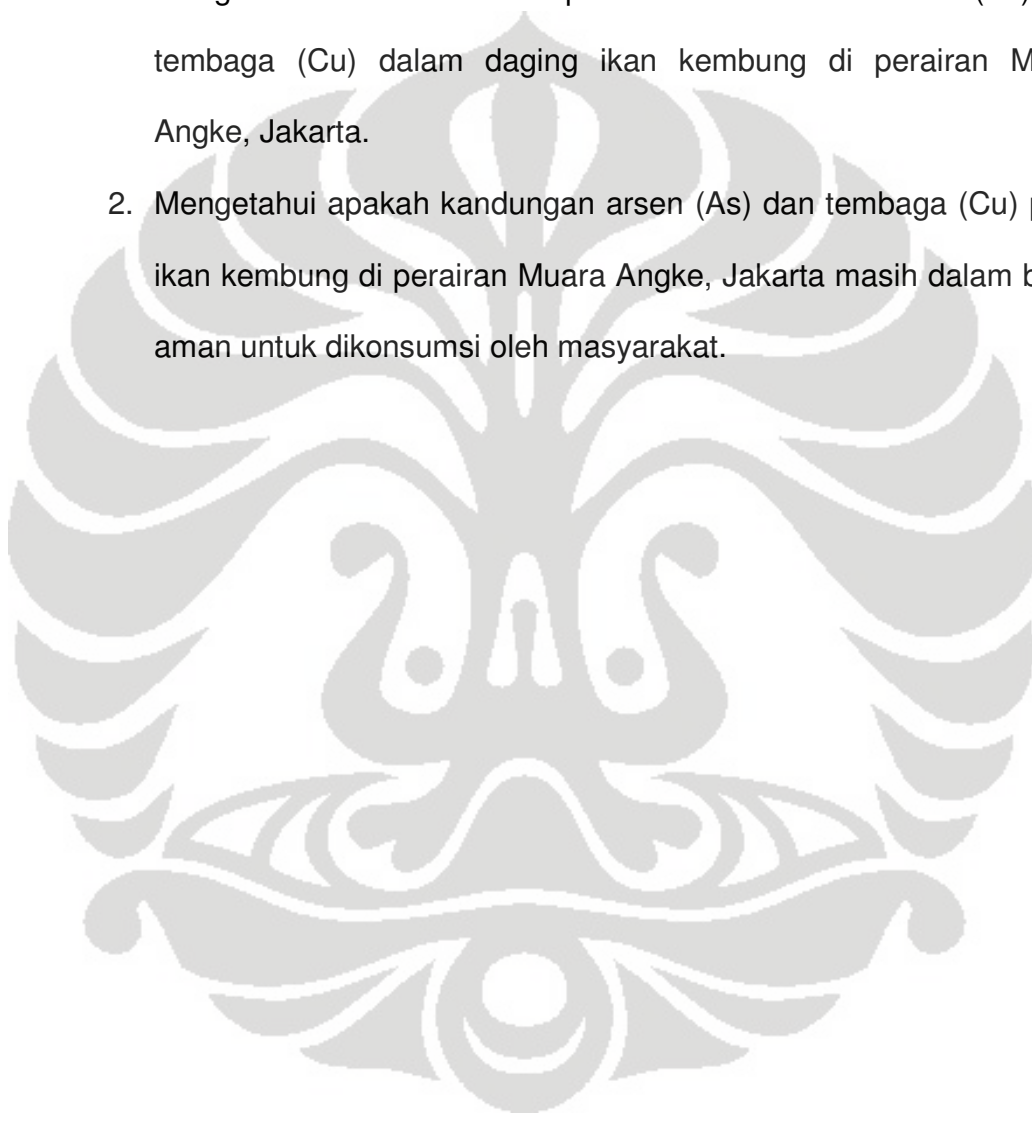
Dalam jurnal yang berjudul Dampak Pencemaran Logam Berat Terhadap Kualitas Air Laut dan Sumberdaya Perikanan, dinyatakan bahwa pencemaran logam berat di perairan Teluk Jakarta pertama kali ditemukan oleh S. Yatim dkk. Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa kadar logam berat dalam air di Teluk Jakarta sudah tergolong tinggi, bahkan di beberapa lokasi seperti muara Angke kadar logam beratnya cenderung meningkat (1).

Dalam proses erosi alamiah, suatu kasus pencemaran logam dapat naik dan mengganggu kehidupan makhluk hidup yang ada didalamnya. Dinamika logam dalam air baik jenis air, maupun makhluk hidup yang ada di air tersebut telah banyak diteliti, terutama dalam memonitor pencemaran logam berat pada lingkungan perairan. Dalam memonitor pencemaran logam, analisis biota air sangat penting artinya daripada analisis air itu sendiri. Hal ini disebabkan kandungan logam dalam air yang dapat berubah-ubah dan sangat tergantung pada lingkungan dan iklim. Pada musim hujan, kandungan logam akan lebih kecil karena proses pelarutan, sedangkan pada musim kemarau kandungan logam akan lebih tinggi karena logam menjadi terkonsentrasi. Kandungan dalam biota air biasanya akan selalu bertambah dari waktu ke waktu karena sifat logam yang

“bioakumulatif”, sehingga biota air sangat baik digunakan sebagai indikator pencemaran logam dalam lingkungan perairan (2).

## **B. Tujuan**

1. Mengidentifikasi dan menetapkan kadar cemaran arsen (As) dan tembaga (Cu) dalam daging ikan kembung di perairan Muara Angke, Jakarta.
2. Mengetahui apakah kandungan arsen (As) dan tembaga (Cu) pada ikan kembung di perairan Muara Angke, Jakarta masih dalam batas aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### A. Ikan Kembung

Ikan yang termasuk kelas teleostei adalah hewan air yang selalu bergerak. Kemampuan gerak yang cepat inilah yang menyebabkan ikan tidak banyak berpengaruh pada kondisi pencemaran logam seperti makhluk lainnya (kepiting, udang dan kerang). Ikan-ikan akan menderita pada kondisi tercemar. Ikan yang hidup di laut lepas mempunyai kebiasaan bermigrasi dari satu tempat ke tempat lain untuk menghindari diri dari pengaruh pencemaran ini(2).

Dalam buku yang berjudul Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup, dinyatakan bahwa Saanin (1968), dalam taksonomi mengklasifikasikan ikan kembung laki-laki (*Scomber canagorta*) sebagai Ordo Scombriformes, famili Scombridae, genus Scomber, dan spesiesnya adalah *Scomber canagorta*. Sedangkan Kriswantoro dan Sunyoto (1986) menyatakan bahwa ikan kembung laki-laki tergolong ikan pelagik yang menghendaki perairan yang bersalinitas tinggi. Ikan ini suka hidup secara bergerombol, kebiasaan makanan adalah memakan plankton besar/kasar, Copepode atau Crustacea (2).



Sinonim: *Rastrelliger kanagurta*, *Rastrelliger brachysoma*, *Rastrelliger canagurta*, *Rastrelliger chrysozonus*, *Rastrelliger loo*, *Rastrelliger microlepidotus*, *Rastrelliger serventyi*, *Rastrilleger kanagurta*, *Scomber canagurta*, *Scomber chrysozonus*, *Scomber delphinalis*, *Scomber kanagurta*, *Scomber lepturus*, *Scomber loo*, *Scomber microlepidotus*, *Scomber moluccensis*, *Scomber reani*, *Scomber uam*.

Kandungan yang terdapat dalam 100 gram ikan kembung (4):

Kalori	103 kal	Besi	1,0 mg
Protein	22,0 mg	Vitamin A	30 SI
Lemak	1,0 g	Vitamin B1	0,05 mg
Karbohidrat	0 g	Vitamin C	0 mg
Kalsium	20 mg	Air	76,0 mg
Fosfor	200 mg		

## B. Logam Berat

Pengertian logam berat

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 mula-mula diambil dari pertambangan di bawah tanah (kerak bumi), yang kemudian dicairkan dan dimurnikan dalam pabrik menjadi logam-

logam murni. Logam kemudian dibentuk sesuai dengan yang dikehendaki misalnya, sebagai perhiasan (emas, perak), peralatan pertanian (besi) dan bahkan logam tertentu dalam ukuran yang sangat kecil dapat digunakan sebagai bahan pengganti energi minyak (uranium). Dalam proses pemurnian logam tersebut yaitu dari pencairan sampai menjadi logam, sebagian darinya terbang ke dalam lingkungan (2).

Logam sangat diperlukan dalam proses produksi suatu pabrik, baik pabrik cat, aki/ baterai, hingga produksi alat-alat listrik. Bahan yang digunakan dapat berbentuk logam murni, bahan anorganik maupun bahan organik (2).

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

Logam berat dalam jumlah berlebihan dapat bersifat racun. Hal ini disebabkan terbentuknya senyawa merkaptida antara logam berat dengan gugus  $-SH$  yang terdapat dalam enzim, sehingga aktivitas enzim tidak berlangsung (3).

Logam dan mineral lainnya hampir selalu ditemukan dalam air tawar dan laut, walaupun jumlahnya sangat terbatas. Dalam kondisi normal, beberapa macam logam baik logam ringan maupun logam berat jumlahnya sangat sedikit dalam air. Beberapa logam itu bersifat esensial dan sangat dibutuhkan dalam proses kehidupan, misalnya kalsium (Ca), fosfor (P), magnesium (Mg), yang merupakan logam ringan berguna untuk pembentukan kutikula/ sisik pada ikan dan udang. Sedangkan tembaga (Cu), seng (Zn), dan mangan (Mn), merupakan logam berat yang sangat bermanfaat dalam pembentukan haemosianin dalam sistem darah dan enzimatik pada hewan air tersebut (2).

Ada beberapa logam yang termasuk elemen mikro merupakan kelompok logam berat yang tidak mempunyai fungsi biologik sama sekali. Logam tersebut bahkan sangat berbahaya dan dapat menyebabkan keracunan (toksisitas) pada makhluk hidup, yaitu timbal (Pb), merkuri (Hg), arsen (As), kadmium (Cd), dan aluminium (Al) (2).

Toksisitas logam pada manusia menyebabkan beberapa akibat negatif, tetapi yang terutama adalah timbulnya kerusakan jaringan, terutama jaringan detoksikasi dan ekskresi (hati dan ginjal). Beberapa logam mempunyai sifat karsinogenik (pembentuk kanker), maupun teratogenik (salah bentuk organ). Daya toksisitas ini dipengaruhi beberapa faktor yaitu kadar logam yang termakan, lamanya

mengonsumsi, umur, spesies, jenis kelamin, kebiasaan makan makanan tertentu, kondisi fisik dan kemampuan jaringan tubuh untuk mengakumulasi logam. Beberapa logam toksik dapat menyerang saraf sehingga dapat menyebabkan kelainan tingkah laku (2).

Batasan cemaran arsen dalam ikan serta hasil olahannya adalah 1,0 mg/kg ikan. Sedangkan batasan cemaran tembaga pada ikan serta hasil olahannya adalah 20mg/ kg ikan (4).

Karakteristik serta kegunaan logam arsen dan tembaga

#### 1. Arsen (As)

Arsen hampir selalu ditemukan secara alamiah di daerah pertambangan walaupun jumlahnya sangat sedikit. Logam ini pada umumnya berada dalam bentuk senyawa kimia dengan logam lain ataupun oksida, sulfur. Logam ini tidak begitu banyak kegunaannya seperti logam-logam lain karena sangat beracun. Arsen dapat digunakan sebagai campuran dalam insektisida. Arsen dapat pula digunakan dalam konduktor listrik tetapi tidak sebaik logam lain. Selain itu, arsen dapat digunakan sebagai pembasmi gulma dan bahan pengawet kayu. Arsen juga dapat dipakai untuk mewarnai kertas yang dibuat untuk dinding, karena harganya relatif murah (2).

## 2. Tembaga (Cu)

Cu termasuk kedalam kelompok logam esensial, dalam kadar yang rendah dibutuhkan oleh organisme sebagai Koenzim dalam proses metabolisme tubuh, sifat racunnya baru muncul dalam kadar yang tinggi. Biota perairan sangat peka terhadap kelebihan Cu dalam badan perairan tempat hidup mereka. Konsentrasi Cu terlarut dalam air laut sebesar 0,01 ppm dapat mengakibatkan kematian fitoplankton. Kematian tersebut disebabkan daya racun Cu telah menghambat aktivitas enzim dalam pembelahan sel fitoplankton. Jenis-jenis yang termasuk dalam keluarga Crustasea akan mengalami kematian dalam tenggang waktu 96 jam, bila konsentrasi Cu berada dalam kisaran 0.17-100 ppm. Dalam tenggang waktu yang sama, biota yang tergolong ke dalam keluarga moluska akan mengalami kematian bila kadar Cu yang terlarut dalam badan perairan tempat biota tersebut hidup berkisar antara 0.16-0.5 ppm, dan kadar Cu sebesar 2.5-3.0 ppm dalam badan perairan dapat membunuh ikan-ikan (1).

Tembaga yang digunakan dalam pabrik pada umumnya dalam bentuk organik dan anorganik. Logam ini banyak digunakan pada pabrik yang memproduksi alat-alat listrik, gelas dan zat warna yang biasanya bercampur dengan logam lain sebagai aloi dengan perak (Ag), kadmium (Cd), timah putih (Sn)

dan seng (Zn). Sedangkan garam tembaga banyak digunakan dalam bidang pertanian (2).

#### Pencemaran logam berat

Pencemaran logam berat terhadap alam lingkungan merupakan suatu proses yang terkait dengan penggunaan logam tersebut oleh manusia. Suatu proses produksi dalam industri yang memerlukan suhu tinggi, seperti pertambangan batu bara, pemurnian minyak, pembangkit tenaga listrik dengan energi minyak, dan pengecoran logam, banyak mengeluarkan limbah pencemaran, terutama pada logam-logam yang relatif mudah menguap dan larut dalam air (bentuk ion), seperti arsen (As), kadmium (Cd), timah hitam (Pb), dan merkuri (Hg) (2).

Menurut Bryan(1984), beberapa faktor yang mempengaruhi kekuatan racun logam berat terhadap ikan dan organisme air lainnya, yaitu (2):

- Bentuk ikatan kimia dari logam yang terlarut dalam air
- Pengaruh interaksi antara logam dan jenis racun lainnya
- Pengaruh lingkungan seperti temperatur, kadar garam, pengaruh pH atau kadar oksigen dalam air
- Kondisi hewan, fase siklus hidup (telur, larva, dewasa), besarnya organisme, jenis kelamin dan kecukupan kebutuhan nutrisi

- Kemampuan hewan untuk menghindar dari kondisi buruk (polusi), misalnya lari untuk pindah tempat
- Kemampuan hewan untuk beradaptasi terhadap racun, misalnya detoksikasi

Absorpsi ion-ion logam dari air laut oleh organisme air, seperti ikan dan udang biasanya melalui insang. Logam baik esensial maupun nonesensial yang diserap ke dalam tubuh hewan air akan didistribusikan ke dalam jaringan dan ditimbun dalam jaringan tertentu. Distribusi dan akumulasi logam dalam jaringan sangat berbeda-beda untuk setiap organisme air (2).

### **C. Preparasi Sampel**

Analisis dengan metode spektrofotometri biasa dan SSA untuk unsur logam dalam bahan-bahan dapat dilakukan asalkan sampel yang dianalisis dilarutkan terlebih dahulu (biasanya dalam air). Banyak jenis sampel yang tidak atau sulit untuk dilarutkan langsung dengan air, terutama sampel yang berupa bahan-bahan padat, bahan organik (baik padat maupun cair). Oleh karena itu diperlukan persiapan terlebih dahulu sebelum di analisis. Tahapan destruksi merupakan salah satu preparasi sampel sebelum melakukan analisis kimia. Tahap ini dianggap paling sulit dan paling menentukan. Dalam proses destruksi ini bahan (matriks) organik dalam sampel biologi dioksidasi menjadi  $\text{CO}_2$  dan air sehingga

meninggalkan residu anorganik yang mengandung unsur-unsur yang akan dianalisis (15).

Cara yang umum digunakan dalam usaha menghilangkan senyawa organik tersebut adalah oksidasi yang meliputi (15):

1. Cara oksidasi kering (*dry ashing* atau *dry digestion*). Pada cara ini, oksidasi sampel dilakukan pada suhu yang tinggi (mencapai  $550^{\circ}\text{C}$  atau lebih) dengan oksigen murni atau oksigen dari udara sebagai oksidatornya. Proses yang terjadi dalam *dry ashing* ini meliputi penguapan air ( $100^{\circ}\text{C}$  atau lebih), penguapan zat-zat yang mudah menguap sebagai produk reaksi *thermal cracking* dan oksidasi parsial ( $150\text{-}300^{\circ}\text{C}$  atau lebih), dan oksidasi terhadap residu/zat-zat yang sukar menguap sampai seluruh bahan organik habis
2. Cara oksidasi basah (*wet ashing*), dimana oksidasi dilakukan pada suhu yang lebih rendah ( $100\text{-}200^{\circ}\text{C}$ ) dengan asam-asam pengoksidasi kuat sebagai oksidatornya seperti  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{HF}$  dan lain sebagainya.

#### **D. Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)**

Peristiwa serapan atom pertama kali diamati oleh Fraunhofer, ketika mengamati garis-garis hitam pada spektrum matahari. Spektroskopi serapan atom pertama kali digunakan pada tahun 1955 oleh Walsh (5).



## 1. Pengertian SSA

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang berdasarkan pada penyerapan absorpsi radiasi oleh atom bebas (6).

## 2. Prinsip Dasar SSA

Spektrofotometer serapan atom (SSA) digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam *trace* dan *ultratrace*. Metode ini digunakan untuk menetapkan kadar total unsur logam dalam suatu sampel dan tidak tergantung pada bentuk molekul dari logam dalam sampel tersebut. Metode ini sesuai untuk menganalisis logam *trace* karena mempunyai kepekaan yang tinggi (batas deteksi kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana, dan interferensinya sedikit (5). SSA juga dikenal sistem single beam dan double beam layaknya Spektrofotometer UV-VIS. Sebelumnya dikenal fotometer nyala yang hanya dapat menganalisis unsur yang dapat memancarkan sinar terutama unsur golongan IA dan IIA. Umumnya lampu yang digunakan adalah lampu katoda cekung yang mana penggunaannya hanya untuk analisis satu unsur saja.

Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Metode serapan atom

hanya tergantung pada perbandingan dan tidak bergantung pada temperatur. Setiap alat SSA terdiri atas tiga komponen yaitu unit teratomisasi, sumber radiasi, sistem pengukur fotometerik.

Teknik SSA menjadi alat yang canggih dalam analisis. Ini disebabkan karena 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. SSA dapat digunakan untuk mengukur logam sebanyak 61 logam.

Sumber cahaya pada AAS adalah sumber cahaya dari lampu katoda yang berasal dari elemen yang sedang diukur kemudian dilewatkan ke dalam nyala api yang berisi sampel yang telah teratomisasi, kemudian radiasi tersebut diteruskan ke detektor melalui monokromator. Chopper digunakan untuk membedakan radiasi yang berasal dari sumber radiasi, dan radiasi yang berasal dari nyala api. Detektor akan menolak arah searah arus (DC) dari emisi nyala dan hanya mengukur arus bolak-balik dari sumber radiasi atau sampel.

Atom dari suatu unsur pada keadaan dasar akan dikenai radiasi maka atom tersebut akan menyerap energi dan mengakibatkan elektron pada kulit terluar naik ke tingkat energi yang lebih tinggi atau tereksitasi. Jika suatu atom diberi energi,

maka energi tersebut akan mempercepat gerakan elektron sehingga elektron tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi dan dapat kembali ke keadaan semula. Atom-atom dari sampel akan menyerap sebagian sinar yang dipancarkan oleh sumber cahaya. Penyerapan energi oleh atom terjadi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan energi yang dibutuhkan oleh atom tersebut (6).

Teknik analisis SSA berdasarkan pada penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) dengan energi dari api atau arus listrik. Sebagian besar atom akan berada pada level energi terendah (*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* (6).

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 tetesan-tetesan kecil yang uniform dengan suatu nebulizer. Cara ini kurang efisien sebab banyak bahan yang tidak teratomisasi, tidak mencapai api karena tetesannya terlalu besar atau hanya sebentar berada di jalan cahaya. Pembakaran dengan listrik (*graphite furnace*) menghasilkan suhu yang lebih

tinggi, hingga 6000 °K dan lebih efisien dalam pemakaian bahan (6).

### 3. Hukum Dasar SSA

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

Hukum Lambert menyatakan bila cahaya monokromatik melewati medium tembus cahaya, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi, berbanding lurus dengan intensitas cahaya. Sedangkan hukum Beer menyatakan bahwa intensitas cahaya monokromatik berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi zat penyerap secara linier (9).

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

dimana,

A = serapan (absorbansi)

P<sub>0</sub> = intensitas sinar yang masuk

P = intensitas sinar yang keluar

a = absorptivitas

b = tebal medium

c = konsentrasi larutan

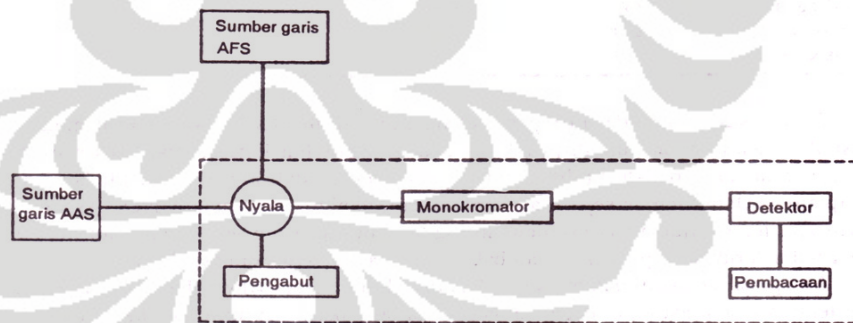
Inilah persamaan yang fundamental dari spektrofotometri dan sering disebut hukum Lambert-Beer. Nilai a tergantung pada cara menyatakan konsentrasi, jika c menyatakan dalam mol perliter dan b dalam sentimeter, maka a diberi lambang E dan disebut absorpsi molar dan absorpsivita molar (7).

#### 4. Instrumentasi

Terdiri dari :

##### a. Spektrofotometer

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



Gambar XXII.3

**Gambar** Diagram Spektrofotometri Serapan Atom

Keterangan:

Sumber : sumber energi radiasi yang kontinu dan meliputi daerah spektrum.

Monokromator: alat untuk mengisolasi suatu berkas sempit dari panjang gelombang dengan spektrum yang luas.

Detektor : suatu alat yang mengubah energiradiasi menjadi isyarat listrik yang cocok untuk diamati.

Pembacaan: sistem yang dapat menunjukkan besarnya syarat aliran listrik (6)

b. Sumber cahaya

Sumber cahaya yang paling populer adalah *hollow cathode lamp* (HCL). Setiap logam memerlukan *Hollow cathode lamp* masing-masing. HCL ini terbuat dari kaca yang berbentuk silinder yang mengandung Ne atau Ar sebagai gas inert, katode yang mengandung logam alami atau bentuk alloy untuk menganalisis analit, dan anode.

Katode dibentuk seperti silinder berongga, nikel atau anode tungsten biasanya suatu kawat dekat katode atau suatu cincin di atasnya. Tekanan di dalam alat adalah beberapa *Torr*s. Beberapa ratus volt diterapkan antar elektroda dan pelaksanaannya berlangsung hampir sepenuhnya di dalam katode. Sekarang ini telah diterapkan variasi antara 5 dan 30 mA dan harus dioptimalkan untuk memberikan intensitas yang baik tanpa

menyebabkan efek *linereversal*. Aliran ion positif dari gas menyerang permukaan katode dan atom-atom analit dihasilkan oleh suatu proses yang disebut *sputtering*. Atom ini selanjutnya berinteraksi dengan ion gas dan tereksitasi, eksitasi atom analit berlangsung dengan memancarkan panjang gelombang spesifiknya kemudian kembali ke *ground statenya*. Beberapa HCL terdiri dari multi elemen, katodenya mengandung bahan yang dapat memasukkan beberapa elemen analit.

c. Alat atomisasi (*atomizer unit*)

*Atomizer* adalah tempat dimana analit teratomisasi, berupa nyala, tabung *graphite*, atau tabung *quartz*. Unit *atomizer* sebagai tambahan *atomizer*, semua pemasangan diperlukan untuk operasi, sebagai contoh pembakar dengan *nebulizer* dan gas pensuplai, atau *graphite furnace* dengan *power supply*. Bagian *atomizer* yang melewati pengukur sinar radiasi dihubungkan dengan volume absorpsi dan volume observasi (9).

Fungsi *atomizer unit* adalah menghasilkan sebanyak mungkin atom bebas pada *ground state* dan mempertahankan volume absorpsi selama mungkin. Distribusi atom harus sebisa mungkin homogen dalam volume absorpsi agar sesuai dengan kebutuhan hukum

Lambert-Beer. Jalannya atomisasi, seperti transfer sampel, khususnya analit, ke dalam bentuk atom bebas pada fase gas, adalah proses yang penting dalam analisis dengan SSA. Keberhasilan atau kegagalan pemisahan tergantung pada cara atomisasi. Sensitivitas pemisahan berkaitan langsung dengan derajat atomisasi dan waktu tinggal analit atom pada volume absorpsi. Akhirnya, gangguan yang tidak dikenal pada SSA tidak hanya mempengaruhi jumlah analit atom yang dihasilkan, juga secara absolut persatuan waktu, atau distribusi ruangnya dalam *atomizer* (9).

Kriteria yang paling penting dalam pemilihan *atomizer* yang sesuai untuk analisis ditentukan dengan konsentrasi analit dalam sampel analisis, jumlah analit yang ada, dan bentuk sampel (padat, larutan). Teknik *furnace* memperlihatkan sensitivitas yang lebih baik dari nyala. Kriteria penting lainnya adalah sifat analit itu sendiri, pertimbangan *atomizer* bermacam-macam pada kesesuaiannya untuk mengatomisasi analit secara individual sebagai hasil temperatur dan reaksi kimia pada berbagai tipe *atomizer* (6). Berikut atomizer yang digunakan dalam SSA:



- 1) Atomisasi dengan nyala atau *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS)
- 2) Atomisasi dengan furnace atau *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry* (GFAAS)
- 3) Atomisasi dengan cara dingin atau *Cold Vapour Atomic Absorption Spectrometry* (CVAAS)
- 4) Atomisasi dengan cara hidrisasi atau *Hydride Generation Atomic Absorptin Spectrometry* (HGAAS).

## 5. Jenis-jenis Gangguan pada Analisa SSA

### 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 (*flame emission spectrometry*), sedangkan pada SSA gangguan ini hampir tidak ada karena digunakan sumber cahaya yang spesifik untuk unsur yang bersangkutan. Efek dari emisi nyala SSA dapat dicegah dengan memodulasi sumber cahaya (6).

### b. Gangguan fisika

Sifat fisika 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 (6).

c. Gangguan kimia

1) Bentuk uap

Gangguan kimia biasanya terjadi karena memperkecilnya populasi atom pada level energi terendah. Telah disebutkan bahwa dalam nyala, atom dalam bentuk uap dapat berkurang karena terbentuknya senyawa oksida atau klorida, atau karena terbentuknya ion (6).

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 satu seri larutan sampel dengan zat pengganggu dengan konsentrasi yang berbeda-beda (6).

## E. Validasi Metode Analisis

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

Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode analisis diuraikan dan didefinisikan sebagaimana cara penentuannya (10).

### 1. Kecermatan / Akurasi

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan hasil analisis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematis di dalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu untuk mencapai kecermatan yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematis tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pelaksanaannya yang cermat, taat asas sesuai prosedur.

#### *Cara penentuan:*

Kecermatan ditentukan dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*). Dalam metode simulasi, sejumlah analit bahan murni

(senyawa pembanding kimia CRM atau SRM) ditambahkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi (plasebo) lalu campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya). Dalam metode penambahan baku, sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa ditambahkan ke dalam sampel dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan).

Tetapi bila tidak memungkinkan membuat sampel plasebo karena matriksnya tidak diketahui seperti obat-obatan paten, atau karena analitnya berupa suatu senyawa endogen misalnya metabolit sekunder pada kultur kalus, maka dapat dipakai metode adisi. Metode adisi dapat dilakukan dengan menambahkan sejumlah analit dengan konsentrasi tertentu pada sampel yang diperiksa, lalu dianalisis dengan metode tersebut. Persen perolehan kembali ditentukan dengan menentukan berapa persen analit yang ditambahkan tadi dapat ditemukan. Vanderwielen, dkk menyatakan bahwa selisih kadar pada berbagai penentuan ( $X_d$ ) harus 5% atau kurang pada setiap konsentrasi analit pada mana prosedur dilakukan.

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.

### *Cara penentuan:*

Keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Keseksamaan dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek. Keterulangan dinilai melalui pelaksanaan penetapan terpisah lengkap terhadap sampel-sampel identik yang terpisah dari *batch* yang sama, jadi memberikan ukuran keseksamaan pada kondisi yang normal.

Ketertiruan adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium-laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analis yang berbeda pula. Analisis dilakukan terhadap sampel-sampel yang diduga identik yang dicuplik dari *batch* yang sama. Ketertiruan dapat juga dilakukan dalam laboratorium yang sama dengan menggunakan peralatan, pereaksi, dan analis yang berbeda. Kriteria

seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang.

### 3. Selektivitas (*Spesifitas*)

Selektivitas atau spesifitas 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.

#### *Cara penentuan:*

Selektivitas metode ditentukan dengan membandingkan hasil analisis sampel yang mengandung cemar, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya atau pembawa plasebo dengan hasil analisis sampel tanpa penambahan bahan-bahan tadi.

### 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.

*Cara penentuan:*

Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Perlakuan matematik dalam pengujian linearitas adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit.

5. Batas deteksi dan batas kuantitasi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. 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.

*Cara penentuan:*

Penentuan batas deteksi suatu metode berbeda-beda tergantung pada metode analisis itu menggunakan instrumen atau tidak. Pada analisis yang tidak menggunakan instrumen batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat.

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

## 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.

### *Cara penentuan:*

Ketangguhan metode ditentukan dengan menganalisis beningan suatu lot sampel yang homogen dalam lab yang berbeda oleh analisis yang berbeda menggunakan kondisi operasi yang berbeda, dan lingkungan yang berbeda tetapi menggunakan prosedur dan parameter uji yang sama. Derajat ketertiruan hasil uji kemudian ditentukan sebagai fungsi dari variabel penentuan. Ketertiruan dapat dibandingkan terhadap keseksamaan penentuan di bawah kondisi normal untuk mendapatkan ukuran ketangguhan metode. Perhitungannya dilakukan secara statistik menggunakan ANOVA pada kajian kolaboratif yang disusun oleh Youden dan Stainer..

## 7. Kekuatan (*Robustness*)

Untuk memvalidasi kekuatan suatu metode perlu dibuat suatu perubahan metodologi yang kecil dan terus menerus dan mengevaluasi respon analitik dan efek pada presisi dan akurasi (6).



## BAB III

### BAHAN, ALAT, DAN CARA KERJA

#### A. Bahan

Bahan yang digunakan adalah daging ikan kembung yang diambil dari perairan Muara Angke, Jakarta, larutan standar arsen trioksida ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ) 1000 ppm, larutan standar tembaga (II) nitrat ( $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ) 1000 ppm, asam nitrat pekat ( $\text{HNO}_{3(\text{p})}$ ), asam sulfat pekat ( $\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{p})}$ ) (Merck), larutan pereduksi arsen : HCl 5M dan  $\text{NaBH}_4$  0,4%, dan aquadest bebas mineral.

#### B. Alat

Alat yang digunakan adalah Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300), lampu katoda berongga arsen dan tembaga, *Hydride Vapor Generator* (HVG), *Microwave Digestion System* (Milestone ethos 1), timbangan analitik, lempeng pemanas (*Hot plate*), labu ukur, Erlenmeyer, *Beaker glass*, gelas ukur, corong, pipet volume, pipet tetes, batang pengaduk, karet penghisap, botol semprot, kertas saring.

### **C. Cara Kerja**

1. Pembuatan larutan
  - a. Larutan standar arsen

Dari larutan standar arsen 1002 ppm, dipipet 10,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL lalu ditambahkan aquadest bebas mineral hingga batas, sehingga didapat larutan 100,2 ppm. Dari larutan 100,2 ppm dipipet 1,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral hingga batas, sehingga didapat larutan 1,002 ppm atau 1002 ppb. Dari larutan 1002 ppb dipipet 25,0 mL ke dalam labu ukur 250,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral hingga batas, sehingga didapat larutan 100,2 ppb.

Kemudian dari larutan 100,2 ppb dipipet masing-masing 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 25,0; dan 30,0 mL ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral hingga batas, sehingga didapatkan larutan standar 5,01; 10,02; 15,03; 20,04; 25,05; dan 30,06 ppb.

- b. Larutan standar tembaga

Dari larutan standar tembaga 1000 ppm dibuat larutan standar 10 ppm dengan cara memipet sebanyak 1,0 mL larutan standar 1000 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan aquadest bebas mineral hingga batas. Selanjutnya dibuat larutan standar 0,1, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, serta 1,0 ppm. Larutan standar 0,1 ppm dibuat dengan cara memipet sebanyak 1,0 mL larutan standar 10 ppm

kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Larutan standar 0,2 ppm dibuat dengan cara memipet sebanyak 2,0 mL larutan standar 10 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Larutan standar 0,4 ppm dibuat dengan cara memipet sebanyak 4,0 mL larutan standar 10 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Larutan standar 0,6 ppm dibuat dengan cara memipet sebanyak 6,0 mL larutan standar 10 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Larutan standar 0,8 ppm dibuat dengan cara memipet sebanyak 8,0 mL larutan standar 10 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Larutan standar 1,0 ppm dibuat dengan cara memipet sebanyak 10,0 mL larutan standar 10 ppm kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, kemudian ditambahkan aquadest sampai tanda batas (13,14)

c. Larutan pereduksi HCl 5M dan NaBH<sub>4</sub> 0,4% untuk analisis arsen

Dibuat larutan HCl 5M dengan cara mengambil 208,3 mL HCl 37% kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 500 mL, ditambahkan aquadest bebas mineral hingga batas.

Sedangkan untuk membuat larutan NaBH<sub>4</sub> 0,4 %, ditimbang 2,5 gram NaOH dan 2 gram natrium borohidrida, kemudian dimasukkan ke

dalam labu takar 500 mL, ditambahkan aquadest bebas mineral hingga batas.

## 2. Validasi metode analisis

### a. Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas

Setelah dibuat larutan standar arsen (5,01; 10,02; 15,03; 20,04; 25,05; dan 30,06 ppb), diukur dengan spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan HVG. Sedangkan untuk tembaga, setelah dibuat larutan standar tembaga (0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 ppm) kemudian diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Data serapan yang didapat di plot ke dalam sebuah kurva kalibrasi. Setelah itu dihitung faktor-faktor kelinearan garis, yaitu  $r$ , dan  $V_{xo}$  (11). Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 1.

### b. Batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)

Dengan metode statistik, LOD dan LOQ ditentukan dari hasil kurva kalibrasi yang didapat. Rumus untuk perhitungannya adalah sebagai berikut :

$$\text{LOD} = \frac{3 S^{(y/x)}}{b}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 S^{(y/x)}}{b}$$

dimana  $S^{(y/x)}$  adalah simpangan baku residual, sedangkan  $b$  nilai kemiringan (*slope*) dari persamaan kurva kalibrasi  $y = bx + a$  (8). Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 2.

c. Uji presisi

Larutan standar arsen (5,01, 15,03, dan 30,06 ppb) diukur dengan spektrofotometer serapan atom dilengkapi dengan HVG. Sedangkan larutan standar tembaga (0,1, 0,4, dan 1,0 ppm) diukur dengan spektrofotometer serapan atom. Keduanya dilakukan pengulangan sebanyak enam kali, kemudian dihitung koefisien variasinya (8). Cara perhitungannya dapat dilihat pada Lampiran 3.

d. Kecermatan/ akurasi

Kecermatan dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK). Cara perolehan kembali yang digunakan adalah cara adisi. Caranya: larutan hasil destruksi ikan kembung dibagi menjadi dua bagian, bagian pertama tidak ditambahkan standar sedangkan yang kedua ditambahkan standar.

Pada larutan destruksi yang akan diidentifikasi arsen dibuat menjadi tiga kelompok yang ditambahkan dengan standar sehingga didapatkan konsentrasi akhir 5,01, 15,03, dan 30,06 ppb. Larutan kelompok pertama ditambahkan 5,0 mL dari larutan standar 100,2 ppb dalam labu ukur 100,0 mL sehingga didapatkan konsentrasi akhir 5,01 ppb dan dibuat tiga kali ulangan. Larutan kelompok kedua ditambahkan 15,0 mL dari larutan standar 100,2 ppb dalam labu ukur 100,0 mL sehingga didapatkan konsentrasi akhir 15,03 ppb dan dibuat tiga kali ulangan. Larutan kelompok ketiga ditambahkan 30,0 mL dari larutan standar 100,2 ppb dalam

labu ukur 100,0 mL sehingga didapatkan konsentrasi akhir 30,06 ppb dan dibuat tiga kali ulangan.

Pada larutan destruksi yang akan diidentifikasi tembaga dibuat menjadi tiga kelompok yang ditambahkan dengan standar sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,1; 0,15; dan 0,2 ppm. Larutan kelompok pertama ditambahkan 0,1 mL dari larutan standar 10 ppm dalam labu ukur 10,0 mL sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,1 ppm dan dibuat tiga kali ulangan. Larutan kelompok kedua ditambahkan 0,15 mL dari larutan standar 10 ppm dalam labu ukur 10,0 mL sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,15 ppm dan dibuat tiga kali ulangan. Larutan kelompok ketiga ditambahkan 0,2 mL dari larutan standar 10 ppm dalam labu ukur 10,0 mL sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,2 ppm dan dibuat tiga kali ulangan.

Serapan yang diperoleh dicatat, kemudian dihitung konsentrasi masing-masing bagian, dan dihitung UPKnya dengan rumus berikut :

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

Keterangan :

$C_1$  = kadar sampel pada bagian yang tidak ditambah standar

$C_2$  = kadar sampel pada bagian yang ditambah standar

$S$  = kadar standar yang ditambahkan

Cara perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada Lampiran 4.

### 3. Penyiapan sampel

#### a. Metode pengambilan sampel

Sampel berupa daging ikan kembung segar yang diambil dari Muara Angke, Jakarta. Daging ikan kembung segar yang dimaksud adalah ikan kembung yang diambil langsung dari perahu nelayan harian.

#### b. Pengeringan daging ikan kembung segar

Sampel daging ikan kembung yang digunakan untuk tujuan analisis arsen tidak boleh dikeringkan dengan pemanasan (menggunakan oven) karena arsen relatif kurang stabil sehingga hanya perlu diangin-anginkan saja (2).

#### c. Destruksi sampel

Metode destruksi yang digunakan untuk sampel daging ikan kembung adalah cara basah.

##### a) Untuk identifikasi arsen

Ditimbang 5 gram daging ikan kembung yang telah dikeringkan dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 ml.

Ditambahkan dengan 10,0 ml  $H_2SO_4$  pekat dan 40,0 ml  $HNO_3$  pekat dengan hati-hati, aduk hingga homogen, kemudian dipanaskan di atas lempeng pemanas (*hot plate*) dengan temperatur tinggi hingga didapatkan larutan yang jernih.

Didinginkan, kemudian ditambahkan 50,0 ml aquadest bebas mineral kemudian disaring dan dipindahkan ke dalam labu ukur 250,0 ml dan tepatkan sampai batas dengan aquadest bebas mineral.

b) Untuk identifikasi tembaga

Diletakkan TFM pada neraca analitik, kemudian ditara kemudian ditimbang sampel sebanyak 3,0 gram di dalam bejana TFM yang sudah ditara. Tambahkan 15,0 mL asam nitrat 65 %. Jika ada bagian sampel yang tertinggal di dinding bejana TFM maka dibasahkan dengan reagen agar turun ke bawah. Aduk larutan agar sampel homogen dengan asam nitrat tersebut. Masukkan bejana TFM ke dalam HTC *safety shield*. Tutup *vessel* dan kemudian dikencangkan dengan alat kunci untuk mengencangkan. Masukkan HTC ke dalam *microwave* dan sambungkan dengan sensor temperatur. Jalankan *microwave* dengan program yang telah ditentukan. Tunggu hingga proses pendinginan hingga sampel memiliki suhu sama dengan suhu kamar. Buka penutup *vessel* dan ambil larutan sampel di dalam bejana TFM tadi.



Tabel. *Microwave program*

Tahap	Waktu (menit)	Temperatur (°C)	Microwave power (watt)
1	5	130	500
2	3	130	500
3	3	150	500
4	3	150	500

4. Penentuan arsen dan tembaga dalam sampel

a. Arsen

Pengukuran dimulai dengan pengukuran larutan standar yang telah dipersiapkan terlebih dahulu sehingga didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 5,01, 10,02, 15,03, 20,04, 25,05, dan 30,06 ppb, kemudian dilanjutkan dengan pengukuran sampel daging ikan kembung yang telah disiapkan. Serapan sampel yang diperoleh, dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan kadarnya.

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) yang dilengkapi dengan *Hydride Vapor Generator* (HVG) dengan larutan pereduksinya adalah HCl 5M dan NaBH<sub>4</sub> 0,4%.

Panjang gelombang : 193.7 nm

Gas pembakar : Astilen, dengan kecepatan aliran 2,0 liter/menit

Oksidan : Udara, dengan kecepatan aliran 15,0 liter/menit

Tinggi burner : 16 mm

b. Tembaga

Pengukuran dimulai dengan pengukuran larutan standar yang telah dipersiapkan terlebih dahulu sehingga didapatkan kurva kalibrasi dari larutan standar 0,1, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, dan 1,0 ppm, kemudian dilanjutkan dengan pengukuran sampel daging ikan kembung yang telah disiapkan. Serapan sampel yang diperoleh, dimasukkan ke dalam kurva kalibrasi sehingga didapatkan kadarnya. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA).

Panjang gelombang : 324,7 nm

Gas pembakar : Astilen, dengan kecepatan aliran 1,8 liter/menit

Oksidan : Udara, dengan kecepatan aliran 15,0 liter/menit

Tinggi burner : 7 mm

## BAB IV

### HASIL PERCOBAAN DAN PEMBAHASAN

#### A. HASIL PERCOBAAN

##### 1. Pembuatan larutan standar

###### a. Larutan standar arsen

Dilakukan pengenceran menggunakan aquadest bebas mineral terhadap larutan standar arsen 1002 ppm sehingga diperoleh tingkatan konsentrasi 5,01; 10,02; 15,03; 20,04; 25,05; dan 30,06 ppb.

###### b. Larutan standar tembaga

Dilakukan pengenceran menggunakan aquadest bebas mineral terhadap larutan standar tembaga 1000 ppm sehingga diperoleh tingkatan konsentrasi 0,1, 0,2, 0,4, 0,6, 0,8, dan 1,0 ppm.

##### 2. Validasi metode analisis

###### a. Pembuatan kurva kalibrasi dan pengujian linearitas

###### 1) Arsen

Persamaan garis linier yang diperoleh untuk standar arsen adalah  $y = 0,01866x + 0,26475$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) adalah 0,9995. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 1 dan Tabel 2.

## 2) Tembaga

Persamaan garis linier yang diperoleh untuk standar tembaga adalah  $y = 0,9581x - 0,0019342$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) adalah 0,9996. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 2 dan Tabel 3.

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

1) Batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) arsen berturut-turut yaitu 0,9904 dan 3,3012 ppb, selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.

2) Batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) tembaga berturut-turut yaitu 0,0342 dan 0,1140 ppm, selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 5.

### c. Uji presisi

#### 1) Arsen

Larutan standar arsen dengan konsentrasi 5,01, 15,03, dan 30,06 ppb masing-masing memberikan koefisien variasi berturut-berturut 0,81; 0,68; dan 0,74%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 6.

#### 2) Tembaga

Larutan standar tembaga dengan konsentrasi 0,1; 0,4; dan 1,0 ppm masing-masing memberikan koefisien variasi berturut-berturut 1,47; 0,62; dan 0,51% . Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 7.

d. Penentuan kecermatan atau akurasi

Penentuan kecermatan atau akurasi ditentukan dengan uji perolehan kembali.

1) Arsen

Tidak dilakukan UPK pada ikan kembung untuk analisis arsen karena dalam sampel tidak terdeteksi adanya cemaran arsen.

2) Tembaga

- a) Rata-rata hasil uji perolehan kembali pada sampel daging ikan kembung segar dengan penambahan konsentrasi 0,10; 0,15; dan 0,20 ppm berturut-turut 83,52; 87,65; dan 86,13%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 8.

3. Persiapan sampel

Sampel daging ikan kembung segar langsung di destruksi menggunakan *microwave digesty system* (Gambar 5) untuk penetapan kadar tembaga. Sedangkan untuk penetapan kadar arsen, sampel dikeringkan cukup diangin-anginkan saja kemudian digiling menjadi serbuk dan di destruksi. Hasil destruksi untuk identifikasi arsen dan tembaga berupa larutan bening berwarna kuning sampai hijau.

4. Penentuan arsen dan tembaga dalam sampel

a. Arsen

Penentuan kadar arsen dalam sampel daging ikan kembung segar yang telah dikeringkan menggunakan Spektrofotometer

Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi dengan *Hydride Vapor Generator* dengan larutan pereduksi HCl 5M dan NaBH<sub>4</sub> 0,4%, unit-unit SSA, dan *hollow cathode lamp* seperti yang terlihat pada Gambar 4, 6, 7, 8, 9, dan 10.

1) Penentuan kadar arsen dalam daging ikan kembung segar

Kadar arsen dalam daging ikan kembung segar adalah tidak terdeteksi. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 9.

b. Tembaga

Penentuan kadar tembaga dalam sampel daging ikan kembung segar menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dilengkapi dengan unit-unit SSA dan *hollow cathode lamp* seperti yang terlihat pada Gambar 4, 6, 8, 9, dan 10.

1) Penentuan kadar tembaga dalam daging ikan kembung segar

Kadar tembaga dalam daging ikan kembung segar adalah 0,1331, 0,1415, 0,1447 ppm. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 10. Setelah dikonversikan kadar tembaga yang ada pada ikan kembung adalah 1,0376, 1,0373, 1,0370 mg/ Kg ikan kembung.

## B. PEMBAHASAN

Tujuan dari penelitian ini adalah penetapan kadar arsen dan tembaga dalam daging ikan kembung. Untuk keperluan penelitian ini diambil sampel berupa daging ikan kembung segar dari sampel

berupa daging ikan kembung segar yang diambil dari Muara Angke, Jakarta. Daging ikan kembung segar yang dimaksud adalah ikan kembung yang diambil langsung dari perahu nelayan harian. Lokasi tersebut dipilih karena pertambahan jumlah limbah yang mengandung bahan kimia yang beracun dan berbahaya (B3) yang masuk ke Teluk Jakarta akibat perkembangan industri di daerah DKI dan sekitarnya yang cukup pesat. Salah satu dari limbah B3 tersebut adalah logam berat. Dalam jurnal yang berjudul Dampak Pencemaran Logam Berat Terhadap Kualitas Air Laut dan Sumberdaya Perikanan, dinyatakan bahwa dari hasil penelitian S.Yatim dkk (1), menunjukkan kadar logam berat dalam air di Teluk Jakarta sudah tergolong tinggi, bahkan di beberapa lokasi seperti muara Angke kadar logam beratnya cenderung meningkat.

Pada penelitian ini penulis menjumpai beberapa kesulitan terutama dalam mendestruksi sampel, karena sampel yang dianalisis dengan SSA harus dalam keadaan terlarut dan jernih. Kesulitan lain yang dijumpai adalah SSA dan HVG yang digunakan merupakan alat yang sangat sensitif dan menggunakan gas pembakar sehingga penggunaannya harus hati-hati.

1. Pembuatan larutan standar

Pembuatan larutan standar arsen dan tembaga dilakukan dengan hati-hati mengingat keduanya merupakan logam berat

yang bersifat karsinogenik terutama bagi tubuh. Larutan standar harus dibuat secara teliti karena pengencerannya dibuat hingga konsentrasinya sangat kecil dalam analit yaitu ppm (*part per million*) bahkan sampai tingkat ppb (*part per billion*). Sehingga bila ada sedikit kesalahan dalam pengenceran bisa mempengaruhi serapan yang terdeteksi.

Larutan standar tembaga memperlihatkan nilai serapan yang kecil meskipun dengan konsentrasi yang cukup besar, seperti yang tertera pada Tabel 3. Sedangkan larutan standar arsen memperlihatkan nilai serapan yang besar meskipun dengan konsentrasi yang kecil, seperti yang tertera pada Tabel 2. Hal ini dikarenakan, untuk analisis arsen digunakan alat tambahan selain SSA yaitu HVG (*Hydride Vapor Generator*). HVG digunakan untuk menambah kesensitifan dari SSA, sehingga memungkinkan pada analisis arsen dapat terdeteksi serapan yang besar meskipun dengan konsentrasi yang sangat kecil mulai dari 5,01 sampai 30,06 ppb.

## 2. Validasi metode analisis

Validasi metode analisis yang pertama dilakukan adalah pembuatan kurva kalibrasi dan uji linieritas. Kurva kalibrasi dibuat dengan tujuan untuk mengetahui kelinieran antara konsentrasi arsen dan tembaga dengan serapan yang dihasilkan dengan persamaan  $y = a + bx$ . 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 (10). Pada 6 larutan standar arsen dihasilkan  $r = 0,9995$  sedangkan pada 6 standar tembaga dihasilkan  $r = 0,9996$ . Dilihat dari nilai koefisien korelasi ( $r$ ) yang dihasilkan keduanya dapat disimpulkan bahwa linieritas keduanya memenuhi syarat dengan nilai  $r$  mendekati  $+1$ .

Dari kurva kalibrasi juga didapatkan LOD dan LOQ dengan perhitungan matematika. Pada arsen didapatkan LOD = 0,9904 ppb dan LOQ = 3,3012 ppb. Sedangkan pada tembaga didapatkan LOD = 0,0342 ppm dan LOQ = 0,1140 ppm.

Setelah pembuatan kurva kalibrasi dan uji linieritas, dilakukan uji presisi. Uji presisi dikatakan memenuhi syarat bila didapatkan koefisien variasi (KV) kurang dari 2%. Pada arsen presisi yang dilakukan memenuhi syarat karena konsentrasi 5,01, 15,03, dan 30,06 ppb dihasilkan KV kurang dari 2%. Sedangkan pada tembaga presisi dari konsentrasi 0,1; 0,4; dan 1,0 ppm juga dikatakan memenuhi syarat, dihasilkan KV kurang dari 2%.

Uji perolehan kembali (UPK) dilakukan dengan metode adisi. UPK dengan metode adisi kurang akurat bila dibandingkan dengan metode simulasi. Namun percobaan ini juga tidak mungkin dilakukan dengan metode simulasi karena matriks arsen dan tembaga dalam daging ikan kembung segar tidak diketahui dan

tidak adanya blanko atau daging ikan kembung plasebo yang tidak mengandung arsen dan tembaga sama sekali.

UPK hanya dilakukan pada sampel yang memberikan hasil positif terhadap tembaga. UPK sampel untuk analisis arsen tidak dilakukan karena tidak terdeteksi arsen pada sampel, sedangkan UPK yang dihasilkan pada sampel untuk analisis tembaga memenuhi syarat. Walaupun UPK berkisar antar 80-90%. Hasil UPK ini dapat diterima karena analit yang dianalisis mempunyai konsentrasi yang teramat kecil. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 8.

3. Penetapan kadar arsen dan tembaga dalam daging ikan kembung segar

a. Penyiapan sampel

Sampel daging ikan kembung segar yang diambil tidak mengalami proses pengeringan untuk analisis tembaga, kemudian didestruksi menggunakan *microwave digestion* (Gambar 5).

Sedangkan untuk analisis arsen, sampel di keringkan dengan cara diangin-anginkan saja, kemudian didestruksi menggunakan cara basah dikarenakan arsen tidak stabil dalam pemanasan. Cara yang digunakan mendestruksi sampel untuk analisis arsen ini mempunyai beberapa kerugian diantaranya adalah terjadinya penguapan pada senyawa yang mudah menguap dan dapat terbentuknya

endapan yang sukar larut. Selain itu waktu yang dibutuhkan pada cara basah lebih lama daripada cara kering, karena temperatur yang digunakan untuk menghilangkan zat pengganggu terlalu kecil.

b. Penetapan kadar arsen pada sampel

Arsen tidak terdeteksi pada sampel daging ikan kembung segar yang diambil dari perairan Muara Angke, Teluk Jakarta.

c. Penetapan kadar tembaga pada sampel

Tembaga terdeteksi pada sampel daging ikan kembung yang berasal dari perairan Muara Angke, Teluk Jakarta sebesar 1,0376, 1,0373, 1,0370 mg/ Kg ikan kembung. Jumlah cemaran tembaga yang terdapat dalam ikan kembung tersebut jumlahnya masih lebih kecil dari yang disyaratkan Direktorat Gizi Departemen Kesehatan Republik Indonesia yaitu 20 mg/kg ikan.

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **A. KESIMPULAN**

1. Cemaran arsen tidak terdeteksi dalam daging ikan kembung segar yang diambil dari perairan Muara Angke, Teluk Jakarta. Kadar tembaga dalam daging ikan kembung segar yang berasal dari perairan Muara Angke, Teluk Jakarta adalah 0,1331; 0,1415; dan 0,1447 ppm.
2. Dalam penelitian ini, kandungan tembaga (Cu) pada ikan kembung di perairan Muara Angke, Jakarta dikatakan masih dalam batas aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat.

#### **B. SARAN**

1. Untuk penelitian selanjutnya diperlukan optimasi pendahuluan baik pada proses destruksi maupun parameter-parameter yang diperlukan pada spektrofotometer serapan atom.
2. Dilakukan analisis pada biota air lain yang berasal dari perairan Muara Angke, Teluk Jakarta.

## DAFTAR ACUAN

1. Lestari, E. 2004. *Dampak Pencemaran Logam berat Terhadap Kualitas Air Laut Dan Sumberdaya Perikanan (Studi Kasus Kematian Massal Ikan-Ikan Di Teluk Jakarta)*.
2. Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-PRESS.
3. Rita. 2001. *Pemeriksaan Kandungan Logam Berat Pada Beberapa Spesies Hasil Laut Dari Teluk Jakarta Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Jakarta: Universitas Pancasila.
4. Direktorat Gizi Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1981. *Daftar Komposisi Bahan Makanan*. Jakarta: Bhratara Karya Aksara.
5. Ganjar, Ibnu G., Abdul R. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka pelajar
6. Harmita. 2006. *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Deprtemen Farmasi FMIPA UI. Jakarta : Cipta Kreasi Bersama.
7. Basset, J., Denny R.C., Jeffry G.H., & Mendham J. 1994. *Buku Ajar Vogel: Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Edisi Keempat. Diterjemahkan oleh A. Handayana Pudjaatmaka & L. Setiono. Jakarta: EGC.
8. Pecsok, R.L., Shield L.D., Cairns T., & Mc William, I. G. 1996. *Modern Methodes of Chemical Analysis*. Second Edition. New York : John Wiley and Sons.
9. Welz, B., & Michael S. 2005. *Atomic Absorption Spectrometry*. Third, Completely Revised Edition. New York : WILEY-VCH

10. Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. 1, No.3, Desember 2004, 117 – 135.
11. Prasetyo, A. 2002. *Profil Kandungan Logam Berat Merkuri (Hg) Dan Tembaga (Cu) Dalam Daging Kupang Beras (Tellina versicolor)*. Jember: Universitas Jember.
12. Badan Standardisasi Nasional. 1998. SNI 01-3556-2000/Rev.9. Jakarta: BSN.
13. Anonim. 2008. *Bahaya Logam Berat Pada Makanan*. <http://www.bmf.litbang.depkes.go.id/index2.php?option=content&do-pdf=1&id=213>, tanggal 2 September 2009, pkl 11:24 WIB.
14. Hanson, M.W. 1973. *Official Standardized and Recomenanded Methodes of Analysis*. Second Edition. London : Heffers Plinters.
15. Ulfah, M. 2009. *Identifikasi Arsen dan Timbal dalam Daun Teh Segar dan Minuman Teh Kemasan yang Beredar di Depok dengan Spektrofotometri Serapan Atom*. Jakarta: Universitas Indonesia.
16. 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.
17. Behari, J.R., & Rajiv P. 2006. Determination of Total Arsenic Content in Water by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) Using Vapor Generation Assembly (VGA). *Chemosphere*, 63 (2006) 17-21.
18. Benjamin, A.H, Sunyoung B., Christopher G., & Elena D. 2004. *Determining Arsenic Concentration in Tuna Fish with Hydride – Generation Atomic Absorption Spectrophotometer*. Amherst Massachusetts: University of Amherst Massachusetts.

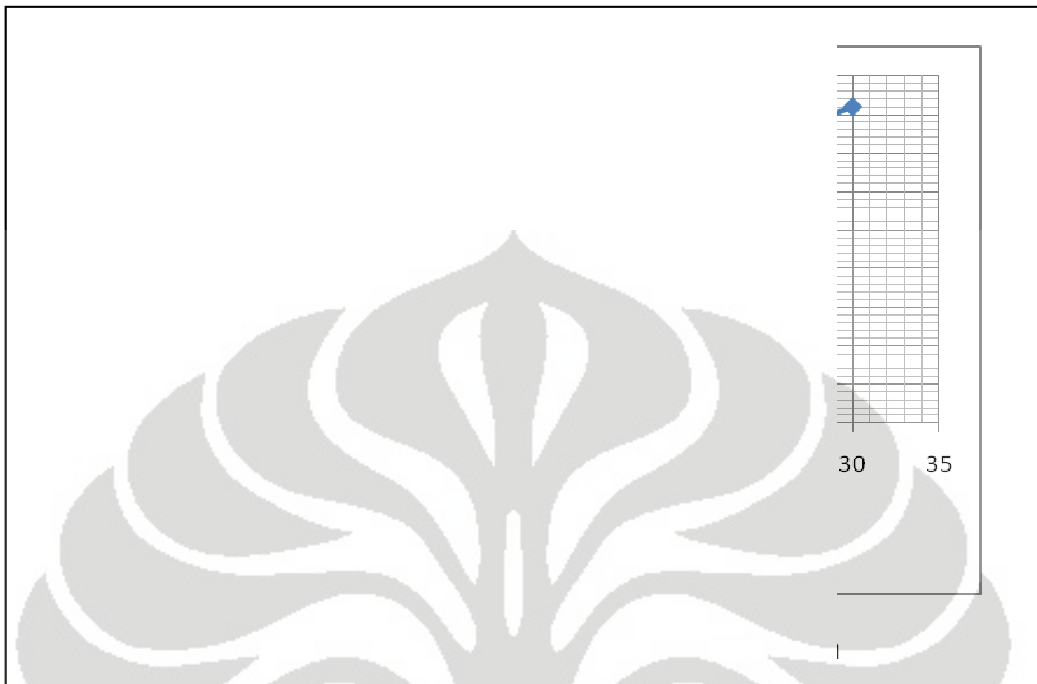
19. Szkoda, J., Jan Z., & Agnieszka G. 2006. Determination of Arsenic in Biological Material by Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry Method. *Bull Vet Pulawy* 50, 269-272.





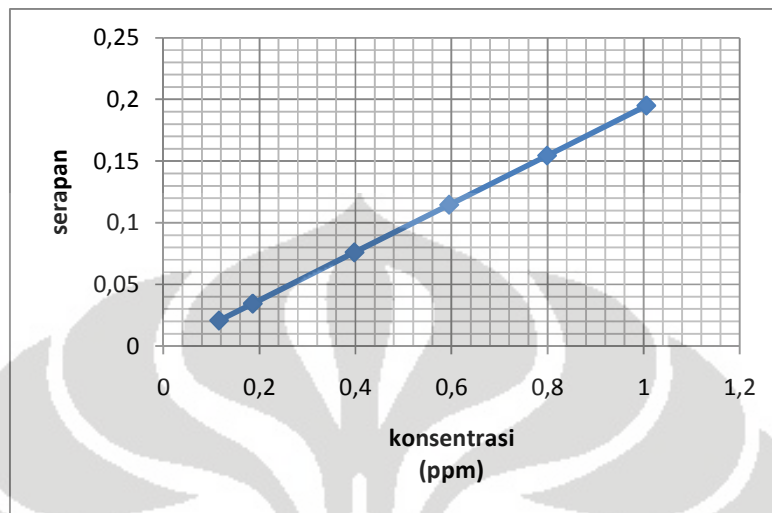
# **GAMBAR**





Keterangan :

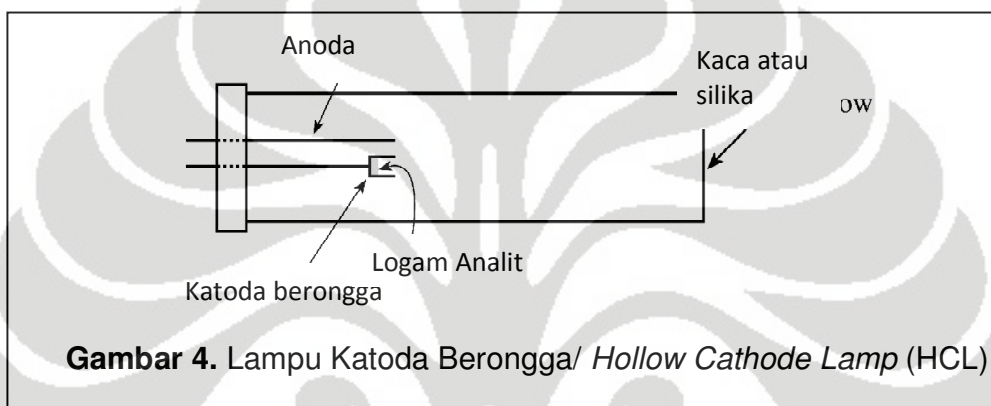
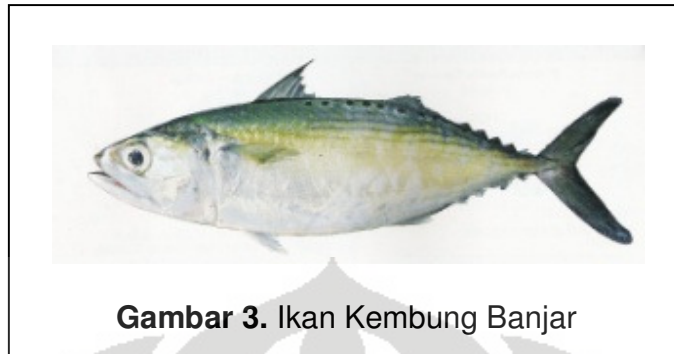
Persamaan kurva kalibrasi :  $y = 0,01866x + 0,26475$  dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9995.



**Gambar 2.** Kurva Kalibrasi Standar Tembaga

Keterangan :

Persamaan kurva kalibrasi :  $y = 0,19581x - 0,0019342$ , dengan koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,9996.





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



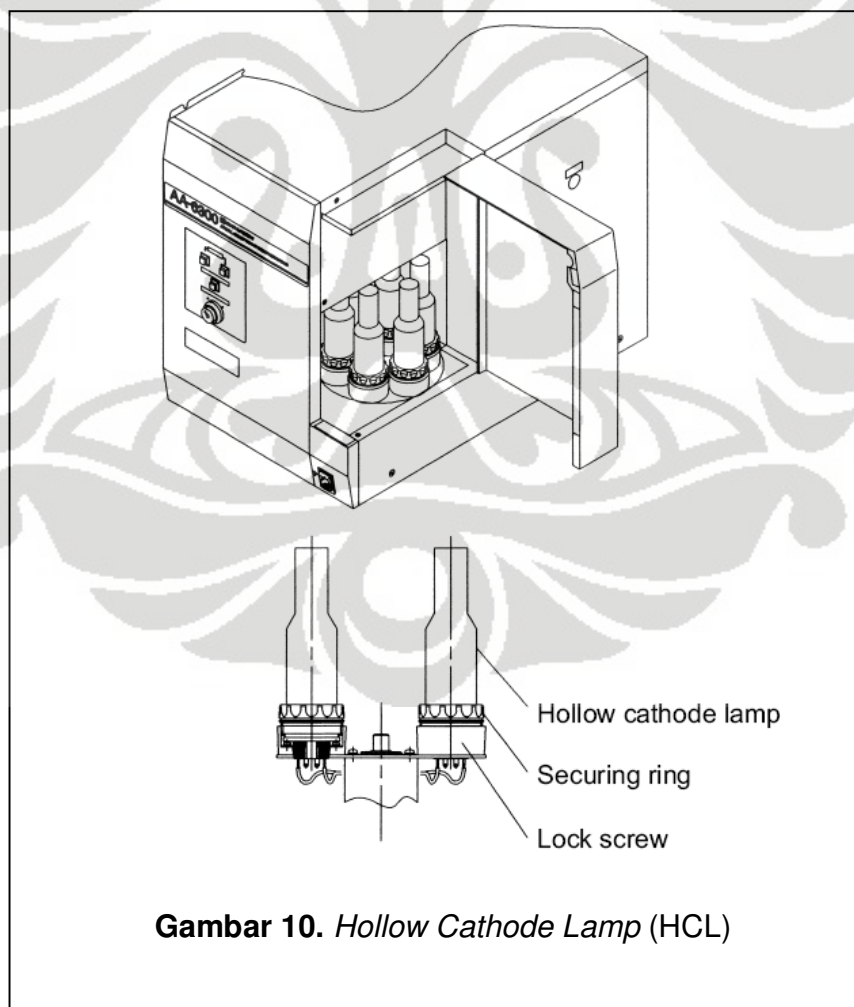
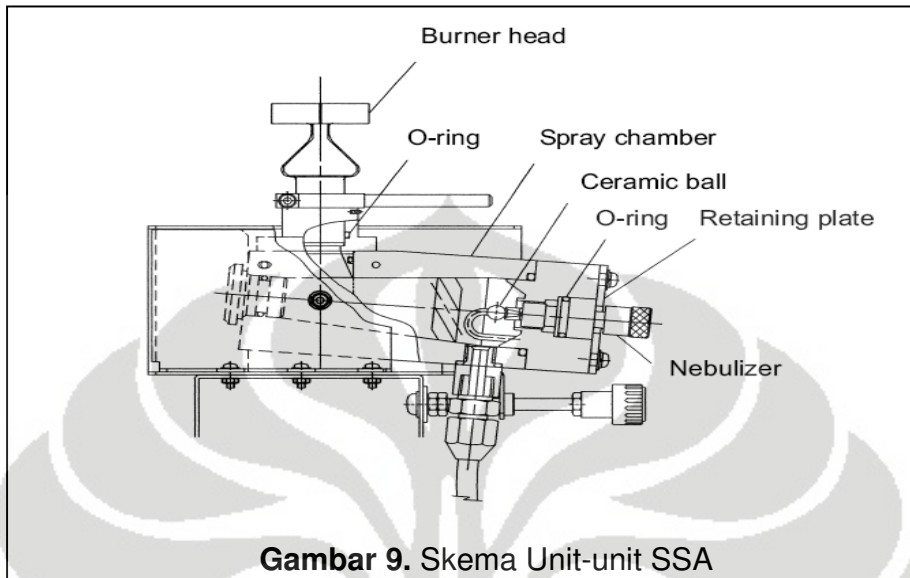
**Gambar 7.** *Hydride Vapor Generator (HVG)*



**Gambar 8.** Unit-unit SSA

Keterangan :

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





# TABEL

**Tabel 1**  
**Tipe-tipe Nyala (6)**

Gas pengoksidan	Gas pembakar	Temperatur maksimal nyala api (°C)	Kecepatan maksimal pembakaran (cm/s)	Keterangan
Udara	Asetilen	2450	160	Yang paling sering digunakan
N <sub>2</sub> O	Asetilen	3200	220	Untuk bahan yang sulit menguap dan teratomisasi
Udara	Hidrogen	2300	320	Nyala api yang lemah, untuk bahan yang mudah terionisasi
Udara	Propan/butan	2200	45	Untuk elemen-elemen yang mudah terionisasi



**Tabel 2**  
**Data Serapan Standar Arsen**

Konsentrasi (ppb)	Serapan
5,01	0,3576
10,02	0,4475
15,03	0,5448
20,04	0,6482
25,05	0,7341
30,06	0,8193

Persamaan garis kurva kalibrasi :  $y = 0,01866x + 0,26475$  dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9995.

**Tabel 3**  
**Data Serapan Standar Tembaga**

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,1	0,0208
0,2	0,0345
0,4	0,0760
0,6	0,1146
0,8	0,1545
1,0	0,1950

Persamaan garis kurva kalibrasi :  $y = 0,19581x - 0,0019342$  dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9996.

**Tabel 4**  
**Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ)**  
**Arsen**

Konsentrasi (ppb)	Serapan (y)	$y_i$	$(y-y_i)^2$
5,01	0,3576	0,3582	$3,6 \times 10^{-7}$
10,02	0,4475	0,4517	$1,78 \times 10^{-5}$
15,03	0,5448	0,5452	$1,68 \times 10^{-7}$
20,04	0,6482	0,6387	$9,03 \times 10^{-5}$
25,05	0,7341	0,7322	$3,67 \times 10^{-6}$
30,06	0,8193	0,8257	$4,06 \times 10^{-5}$
		Jumlah	$1,52 \times 10^{-4}$

Keterangan :

$$S(y/x) = 6,16 \times 10^{-3}$$

$$V_{x0} = 1,88\%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,9904 \text{ ppb}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 3,3012 \text{ ppb}$$

**Tabel 5**  
**Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuatiasi (LOQ)**  
**Tembaga**

Konsentrasi (ppm)	Serapan (y)	$y_i$	$(y-y_i)^2$
0,1	0,0208	0,0176	$1,0624 \times 10^{-5}$
0,2	0,0345	0,0372	$7,29 \times 10^{-6}$
0,4	0,0760	0,0764	$1,6 \times 10^{-7}$
0,6	0,1146	0,1156	$1 \times 10^{-6}$
0,8	0,1545	0,1547	$4 \times 10^{-8}$
1,0	0,1950	0,1939	$1,21 \times 10^{-6}$
		Jumlah	$1,994 \times 10^{-5}$

Keterangan :

$S(y/x) = 2,2327 \times 10^{-3}$

$V_{x0} = 2,21\%$

Batas deteksi (LOD) = 0,0342 ppm

Batas kuantitasi (LOQ) = 0,1140 ppm

**Tabel 6**  
**Hasil Uji Presisi Arsen**

Konsentrasi (ppb)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppb)	Konsentrasi Rata-rata (ppb)	Simpangan Baku (SD)	Koefisien Variasi (%) (KV)
5	0,3557	4,9715	4,9653	0,04	0,81
	0,3550	4,9341			
	0,3565	5,0142			
	0,3566	5,0196			
	0,3542	4,8914			
	0,3555	4,9608			
15	0,5398	14,8059	14,7097	0,10	0,68
	0,5357	14,5869			
	0,5373	14,6724			
	0,5364	14,6243			
	0,5407	14,8540			
	0,5381	14,7151			
30	0,8134	29,4213	29,6777	0,22	0,74
	0,8154	29,5281			
	0,8179	29,6617			
	0,8216	29,8593			
	0,8242	29,9982			
	0,8167	29,5976			

**Tabel 7**  
**Hasil Uji Presisi Tembaga**

Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi Rata-rata (ppm)	Simpangan Baku (SD)	Koefisien Variasi (%) (KV)
0,1	0,0207	0,1156	0,1154	0,0017	1,47
	0,0204	0,1141			
	0,0206	0,1151			
	0,0204	0,1141			
	0,0213	0,1187			
	0,0206	0,1151			
0,4	0,0730	0,3827	0,3813	0,00236	0,62
	0,0727	0,3812			
	0,0724	0,3796			
	0,0726	0,3806			
	0,0735	0,3852			
	0,0722	0,3786			
1,0	0,1881	0,9705	0,9686	0,00498	0,51
	0,1895	0,9777			
	0,1871	0,9654			
	0,1870	0,9649			
	0,1870	0,9649			
	0,1877	0,9685			

**Tabel 8**  
**Hasil Uji Perolehan Kembali Tembaga**  
**pada Daging ikan kembung Segar**

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppm)	C2 (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,10	0,0159	-	-	0,0821	83,31
	0,0115	0,0719	-	-	
	0,0255	-	0,1403	-	
	0,0167	-	-	0,0836	83,01
	0,0115	0,0719	-	-	
	0,0258	-	0,1413	-	
	0,0148	-	-	0,0793	84,24
	0,0115	0,0719	-	-	
	0,0251	-	0,1387	-	
0,15	0,0281	-	-	0,1103	89,02
	0,0142	0,0780	-	-	
	0,0325	-	0,1762	-	
	0,0309	-	-	0,1157	88,76
	0,0142	0,0780	-	-	
	0,0331	-	0,1801	-	
	0,0277	-	-	0,1085	85,16
	0,0142	0,0780	-	-	
	0,0297	-	0,1704	-	
0,20	0,0442	-	-	0,1457	85,86
	0,0118	0,0726	-	-	
	0,0372	-	0,1977	-	
	0,0471	-	-	0,1523	85,23
	0,0118	0,0726	-	-	
	0,0377	-	0,2024	-	
	0,0411	-	-	0,1387	87,31
	0,0118	0,0726	-	-	
	0,0360	-	0,1937	-	

Keterangan :

C1 = kadar arsen pada bagian yang tidak ditambah standar

C2 = kadar arsen pada bagian yang ditambah standar

S = kadar standar arsen yang ditambahkan

**Tabel 9**

**Hasil Penetapan Kadar Arsen dalam Daging ikan kembung Segar**

Berat (gram)	Serapan	Kadar (ppb)
3,1881	0,1538	ttd
3,0859	0,1323	ttd
3,1405	0,1515	ttd

Keterangan :

Ttd = tidak terdeteksi

**Tabel 10**

**Hasil Penetapan Kadar Tembaga dalam Daging ikan kembung Segar**

Berat (gram)	Serapan	Kadar (ppm)	Kadar rata-rata (ppm)	Kadar tembaga dalam sampel (mg/ Kg ikan)	Kadar tembaga rata-rata dalam sampel (mg/ Kg ikan)
3,2069	0,0291	0,1331	0,1398 ±	1,0376	1,0373 ± 0,0003
3,4104	0,0309	0,1415	0,0060	1,0373	
3,4883	0,0316	0,1447		1,0370	

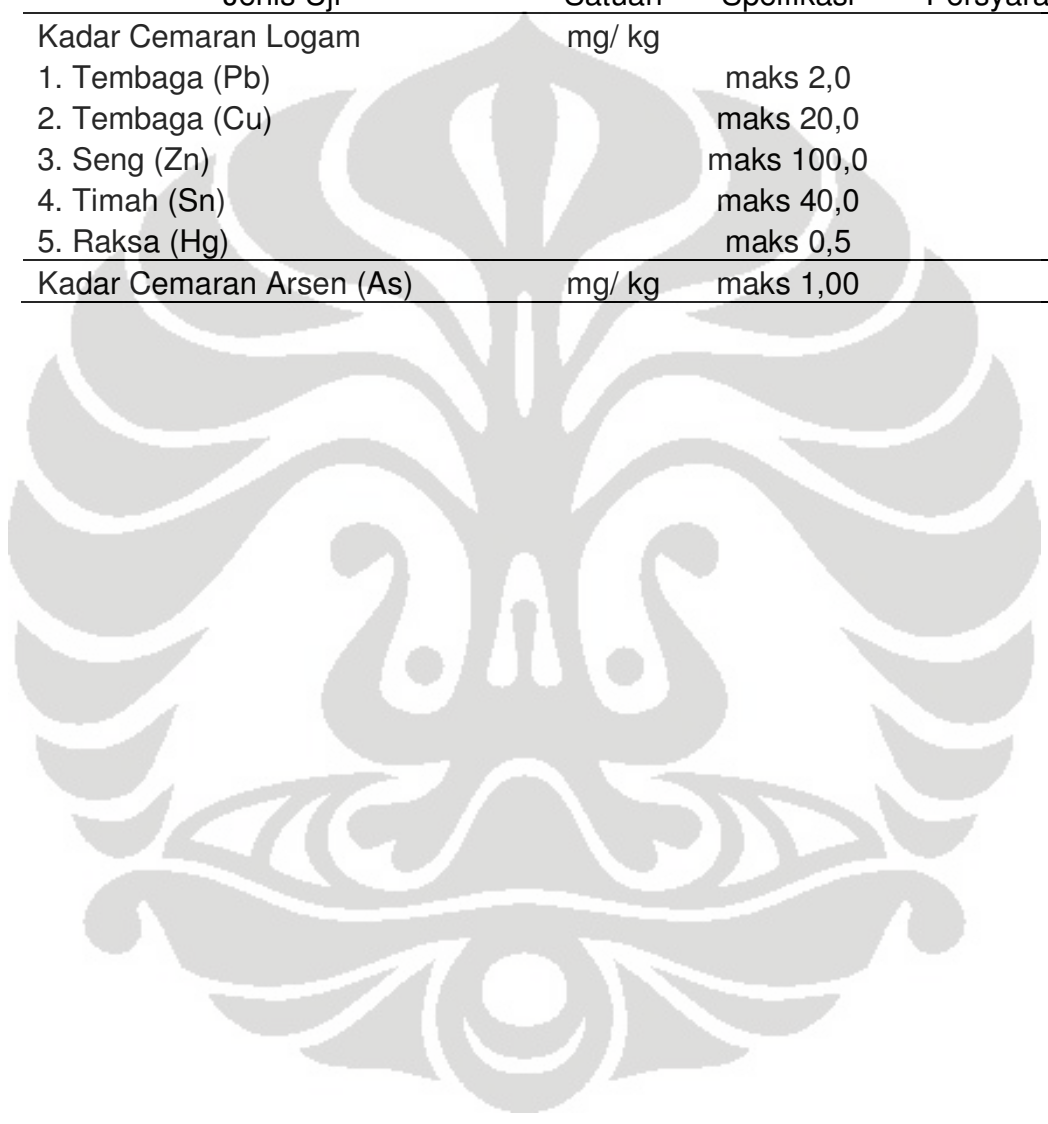


**Tabel 11**  
**Rentang Kesalahan yang Diijinkan pada Setiap Konsentrasi Analit pada Matrix**

Analit pada matrik sampel (%)	Rata-rata yang diperoleh (%)
100	98-102
> 10	98-102
> 1	97-103
> 0,1	95-105
0,01	90-107
0,001	90-107
0,000.1 (1 ppm)	80-110
0,000.01 (100 ppb)	80-110
0,000.001 (10 ppb)	60-115
0,000.000.1 (1 ppb)	40-120

**Tabel 12**  
**Spesifikasi Persyaratan ikan kembung**

Jenis Uji	Satuan	Speifikasi	Persyaratan
Kadar Cemar Logam	mg/ kg		
1. Tembaga (Pb)		maks 2,0	
2. Tembaga (Cu)		maks 20,0	
3. Seng (Zn)		maks 100,0	
4. Timah (Sn)		maks 40,0	
5. Raksa (Hg)		maks 0,5	
Kadar Cemar Arsen (As)	mg/ kg	maks 1,00	





# LAMPIRAN

## Lampiran 1 Cara Memperoleh Persamaan Garis Linier

Persamaan garis  $y = bx + a$

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

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

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

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

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

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

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

Contoh :

Persamaan kurva kalibrasi arsen :  $y = 0,01866x + 0,26475$

$$S(y/x) = \sqrt{\frac{(0,3582-0,3576)^2 + \dots + (0,8257-0,8193)^2}{6-2}}$$
$$= 6,16 \times 10^{-3}$$

Batas deteksi arsen :  $LOD = \frac{3 \times 6,16 \times 10^{-3}}{0,01866} = 0,9904 \text{ ppb}$

Batas kuantitasi arsen :  $LOQ = \frac{10 \times 6,16 \times 10^{-3}}{0,01866} = 3,3012 \text{ ppb}$

### 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 Konversi Kadar

$$\text{Kadar tembaga dalam sampel (mg/ Kg)} = \frac{C \times V \text{ sampel}}{\text{berat sampel}}$$

Penimbangan sampel ikan kembung (berat sampel)

$$= 3,2069 \text{ gram} = 3,2069 \times 10^{-3} \text{ kg}$$

Kadar tembaga yang diperoleh dalam sampel (C)

$$\begin{aligned} &= 0,1331 \text{ ppm} = 0,1331 \text{ mg}/1000 \text{ mL} \\ &= 0,1331 \times 10^{-4} \text{ mg}/\text{mL} \end{aligned}$$

Volume larutan sampel (V sampel)

$$= 25 \text{ mL}$$

Kadar tembaga dalam larutan sampel

$$= 0,1331 \times 10^{-4} \text{ mg}/\text{mL} \times 25 \text{ mL} = 3,3275 \times 10^{-3} \text{ mg}$$

Kadar tembaga dalam sampel

$$\frac{3,3275 \times 10^{-3} \text{ mg}}{3,2069 \times 10^{-3} \text{ kg}} = 1,0376 \text{ mg}/\text{kg ikan kembung}$$

## Lampiran 5 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 tembaga pada daging ikan kembung segar

tanpa standar = 0,0726 ppm

Kadar tembaga yang ditambahkan standar = 0,1937 ppm

Kadar standar yang ditambahkan = 0,1387 ppm

Maka,

$$UPK = \frac{0,1937 - 0,0726}{0,1387} \times 100\% = 87,31\%$$

0,1387



## Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 18.11.2009

1.19773.0500 Arsenic standard solution traceable to SRM from NIST  
 $\text{H}_3\text{AsO}_4$  in  $\text{HNO}_3$  0,5 mol/l 1000 mg/l As CertIPUR®  
 Batch HC754393

### Batch Values

Concentration  $\beta$  (As)

1002 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

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 18.11.2009

1.19786.0500 Copper standard solution traceable to SRM from NIST  
 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$  in  $\text{HNO}_3$  0, 5 mol/l 1000 mg/l Cu CertiPUR®  
Batch HC753098

Batch Values

Concentration  $\beta$  (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*