



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb) DAN KADMIUM (Cd)
PADA IKAN TERI KERING (*Stolephorus spp.*) DAN IKAN ASIN
TENGGERI (*Scomberomorus sp.*) DI MUARA ANGKE DENGAN
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

**ANDREAS JOSEF RIDWAN
0606070472**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FARMASI
DEPOK
JUNI 2011**



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb) DAN KADMIUM (Cd)
PADA IKAN TERI KERING (*Stolephorus spp.*) DAN IKAN ASIN
TENGGERI (*Scomberomorus sp.*) DI MUARA ANGKE DENGAN
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

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

**ANDREAS JOSEF RIDWAN
0606070472**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FARMASI
DEPOK
JUNI 2011**

ii

HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

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

Nama : Andreas Josef Ridwan
NPM : 0606070472
Tanda Tangan : 
Tanggal : 14 Juli 2011

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Andreas Josef Ridwan
NPM : 0606070472
Program Studi : Farmasi
Judul Skripsi : Analisis Logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Ikan Teri Kering (*Stolephorus spp.*) dan Ikan Asin Tenggiri (*Scomberomorus sp.*) di Muara Angke Dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dra. Maryati Kurniadi M.Si., Apt. ()
Pembimbing II : Drs. Umar Mansur M.Sc ()
Penguji I : Santi Purna Sari S.Si., M.Si ()
Penguji II : Dr. Arry Yanuar M.Si. ()
Penguji III : Dr. Dra. Berna Elya Apt., M.Si ()

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 14 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya ucapkan kepada Tuhan Yesus Kristus atas berkat dan rahmat-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan skripsi ini. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi pada Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia. Saya juga mengucapkan terima kasih kepada berbagai pihak karena saya menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan skripsi ini, sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, saya mengucapkan terima kasih kepada:

- (1) Dra. Maryati Kurniadi M.Si., Apt. dan Drs. Umar Mansur M.S, selaku dosen pembimbing yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dalam penyusunan skripsi ini;
- (2) Seluruh dosen dan staf Departemen Farmasi FMIPAUI atas segala ilmu, bantuan dan kesempatan yang telah diberikan;
- (3) Orang tua dan keluarga saya yang senantiasa mendoakan saya, memberikan perhatian dan bantuan baik material maupun moral;
- (4) Dewi, Icha, Nori, dan Ratna, selaku teman kerja pada penelitian skripsi ini yang telah banyak membantu saya dalam melaksanakan penelitian;
- (5) Kathrine dan sahabat serta seluruh pihak yang telah banyak membantu saya dalam menyelesaikan skripsi ini.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yesus dengan rahmat-Nya yang besar dapat berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu saya. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2011

HALAMAN PERYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS

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

Nama : Andreas Josef Ridwan
NPM : 0606070472
Program Studi : Farmasi
Departemen : Farmasi
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Jenis Karya : Skripsi

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

Analisis Logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Ikan Teri Kering (*Stolephorus spp.*) dan Ikan Asin Tenggiri (*Scomberomorus sp.*) di Muara Angke Dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/ formatkan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (*database*), merawat, dan mempublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencantumkan nama saya sebagai penulis atau pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta. Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada Tanggal : 14 Juli 2011

Yang menyatakan



(Andreas Josef Ridwan)

ABSTRAK

Nama : Andreas Josef Ridwan
Program Studi : Farmasi
Judul : Analisis Logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Ikan Teri Kering (*Stolephorus spp.*) dan Ikan Asin Tenggiri (*Scomberomorus sp.*) di Muara Angke Dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

Keberadaan cemaran logam berat dalam ikan asin yang umum dikonsumsi masyarakat Indonesia dapat menimbulkan berbagai masalah kesehatan. Penelitian bertujuan untuk mengetahui kadar kadmium (Cd) dan timbal (Pb) dalam ikan teri kering dan ikan asin tenggiri yang diperoleh di Muara Angke. Logam berat dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang yang spesifik yaitu 283,3 nm untuk timbal dan 228,8 nm untuk kadmium. Penelitian ini menunjukkan bahwa kadar timbal pada ikan teri kering 0,7151– 0,7158 µg/g berat basah, sementara pada ikan asin tenggiri 0,9412–0,9516 µg/g berat basah. Kadar kadmium pada ikan teri kering 0,1060– 0,1179 µg/g berat basah dan pada ikan asin tenggiri 0,0394–0,0424 µg/g berat basah. Berdasarkan batas aman yang ditetapkan oleh Badan Standarisasi Nasional 2009, ikan teri kering (*Stolephorus spp.*) dan ikan asin tenggiri (*Scomberomorus sp.*) melewati batas aman yang ditetapkan.

Kata kunci : AAS, ikan asin tenggiri, ikan teri kering, kadmium, timbal, Muara Angke.
xii + 75 halaman : 15 gambar; 16 tabel; 6 lampiran
daftar acuan : 51 (1981–2011)

ABSTRACT

Name : Andreas Josef Ridwan
Study Program : Pharmacy
Title : Analysis of Lead (Pb) and Cadmium (Cd) in dried anchovy (*Stolephorus spp.*) and salted mackerel (*Scomberomorus sp.*) at Muara Angke by Atomic Absorbtion Spektrophotometer.

Contamination of heavy metals in salted fish that commonly consumed by Indonesian people may cause various health problems. The study aimed to determine levels of cadmium (Cd) and lead (Pb) in dried anchovy (*Stolephorus spp.*) and salted mackerel (*Scomberomorus sp.*) from Muara Angke. Heavy metals were analyzed by Atomic Absorption Spectrometry (AAS) at specific wavelenght, which were 283,3 nm for lead and 228,8 nm for cadmium. This research showed that dried anchovy contained lead 0,7151 to 0, 7150 µg/g wet weight, and salted mackerel 0,9412 to 0,9516 µg/g wet weight. While dried anchovy contained cadmium 0,1060 to 0,1179 µg/g wet weight and salted mackerel 0,0394 to 0,0424 µg/g wet weight. Under the safe limit set by Badan Standarisasi Nasional 2009, dried anchovy (*Stolephorus spp.*) dan salted mackerel (*Scomberomorus sp.*) do not pass the safe limit set.

Key words : AAS, salted mackerel, dried anchovy, cadmium, lead, Muara Angke.
xii + 75 pages : 15 figures; 16 tables; 6 appendices
Bibliography : 51 (1981–2011)

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
UCAPAN TERIMA KASIH	v
LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI TUGAS AKHIR	vi
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
LAMPIRAN	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang Penelitian	2
1.2 Tujuan Penelitian	2
1.3 Sistematika Penulisan	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Ikan Asin	4
2.2 Logam Berat	5
2.3 Batas Cemaran Logam Berat	7
2.4 Persiapan Sampel	8
2.5 Spektrofotometri Serapan Atom	10
2.6 Validasi Metode Analisis	16
BAB III METODELOGI PENELITIAN	20
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan	20
3.3 Cara Kerja	20
BAB IV HASIL PERCOBAAN DAN PEMBAHASAN	28
4.1 Pengambilan Sampel	28
4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi	29
4.3 Validasi Metode Analisis	29
4.4 Pembahasan	35
BAB V KESIMPULAN	37
5.1 Kesimpulan	37
5.2 Saran	37
DAFTAR ACUAN	38

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 2.1	Bagan Pencemaran Logam Berat 7
Gambar 2.2	Diagram Skematik Untuk Spektrofotometer Serapan Atom.....13
Gambar 2.3	Komponen Spektrofotometer Serapan Atom.....13
Gambar 2.4	Skema <i>Hallow cathode lamp</i>14
Gambar 4.1	Kurva Kalibrasi Timbal..... 43
Gambar 4.2	Kurva Kalibrasi Kadmium..... 43
Gambar 4.3	Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) 44
Gambar 4.4	Unit-Unit Spektrofotometer Serapan Atom..... 44
Gambar 4.5	Gas Asetilen..... 45
Gambar 4.6	<i>Mikrowave Digestion System</i> 45
Gambar 4.7	Ikan Teri Kering..... 46
Gambar 4.8	Ikan Asin Tenggiri 46
Gambar 4.9	Serbuk Sampel Ikan Teri Kering 47
Gambar 4.10	Serbuk Sampel Ikan Asin Tenggiri 47

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 2.1 Sifat Dari Larutan Asam Mineral	8
Tabel 4.1 Hasil Perhitungan Susut Pengeringan	49
Tabel 4.2 Kurva Kalibrasi Timbal.....	50
Tabel 4.3 Hasil Uji Linearitas	51
Tabel 4.4 Hasil Uji Presisi Timbal Dengan Sampel Ikan Teri Kering	52
Tabel 4.5 Hasil Uji Presisi Timbal Dengan Sampel Ikan Asin Tenggiri	53
Tabel 4.6 Hasil Uji Perolehan Kembali Timbal Pada Ikan Teri Kering.....	54
Tabel 4.7 Hasil Uji Perolehan Kembali Timbal Pada Ikan Asin Tenggiri	56
Tabel 4.8 Hasil Penetapan Kadar Timbal Pada Ikan Teri Kering Dan Ikan Asin Tenggiri.....	58
Tabel 4.9 Kurva Kalibrasi Kadmium	59
Tabel 4.10 Hasil Uji Linearitas	60
Tabel 4.11 Hasil Uji Presisi Kadmium Dengan Sampel Ikan Teri Kering.....	61
Tabel 4.12 Hasil Uji Presisi Kadmium Dengan Sampel Ikan Asin Tenggiri	62
Tabel 4.13 Hasil Uji Perolehan Kembali Kadmium Pada Ikan Teri Kering	63
Tabel 4.14 Hasil Uji Perolehan Kembali Kadmium Pada Ikan Asin Tenggiri ..	65
Tabel 4.15 Hasil Penetapan Kadar Kadmium Pada Ikan Teri Kering Dan Ikan Asin Tenggiri.....	67

LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Cara Perhitungan Susut Pengeringan	70
Lampiran 2 Cara Memperoleh Persamaan Garis Linier	71
Lampiran 3 Cara Perhitungan Batas Deteksi Dan Batas Kuantitasi.....	72
Lampiran 4 Cara Perhitungan Simpangan Baku Dan Koefisien Variasi.....	73
Lampiran 5 Cara Perhitungan Uji Perolehan Kembali	74
Lampiran 6 Cara Perhitungan Penetapan Kadar.....	75



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Ikan diketahui sebagai salah satu sumber masuknya logam berat dalam tubuh manusia (Hutagalung, 1981). Dalam lingkungan perairan, unsur-unsur logam walaupun kadarnya relatif rendah dapat diabsorpsi secara biologik oleh hewan air dan penyerapan tersebut akan terlibat dalam sistem jaringan makanan. Selanjutnya melalui proses transformasi, akan terjadi pemindahan dan peningkatan kadar unsur-unsur tersebut pada tropik level yang lebih tinggi (Sanusi, 1983). Hasil penelitian di perairan Muara Angke menunjukkan bahwa air laut, udang, kerang-kerangan dan beberapa jenis ikan telah tercemar oleh logam berat seperti timbal dan kadmium (Hutagalung, 1982; Hutagalung, 1987).

Pemaparan timbal dapat menyebabkan efek yang luas, seperti efek pada perkembangan sistem saraf, mortalitas (kebanyakan disebabkan oleh penyakit kardiovaskular), kerusakan pada fungsi ginjal, hipertensi, dan gangguan pada kesuburan. Pada anak-anak, ditemukan hubungan antara tingkat kadar timbal dalam darah dengan penurunan *intelligence quotient* (IQ) (JEFCA, 2010). Sedangkan kadmium merupakan logam berat yang memiliki efek jangka panjang karena memiliki $t_{1/2}$ yang sangat panjang yaitu 15 tahun (JEFCA, 2010). Dalam hal ini, pemaparan kadmium dapat menyebabkan peradangan pada saluran pencernaan dan kerusakan hati dan ginjal (Dreisbach, 1994), kadmium juga diklasifikasikan sebagai senyawa karsinogen (WHO, 2010).

Dewasa ini, industri di daerah DKI Jakarta dan sekitarnya mengalami perkembangan yang cukup pesat. Peningkatan tersebut akan selalu diikuti oleh pertambahan jumlah limbah industri (Lestari, 2004). Limbah industri seperti pengecoran, pengilangan minyak, petrokimia dan industri kimia, limbah pipa besi bekas, pembuangan gas bermotor, industri baterai, industri plastik, dan industri pewarna (Dinis, 2011) yang banyak terdapat di sekitar wilayah Jakarta merupakan sumber utama dari logam berat, terutama kadmium dan timbal.

Pembuangan limbah industri ke perairan laut menimbulkan pencemaran. Dalam satu hari diperkirakan lebih dari 7.000 m³ limbah cair yang mengandung logam berat dibuang melalui empat sungai yang melintasi wilayah Tangerang,

yaitu Sungai Cisadane, Cimanceri, Cirarab dan Kali Sabi. Keempat sungai tersebut bermuara ke Teluk Jakarta, sehingga dapat meningkatkan kadar logam berat dalam air laut (Lestari, 2004).

Hal tersebut menunjukkan perlunya dilakukan penelitian terhadap keberadaan logam berat terutama timbal dan kadmium di teluk Jakarta. Sampel diambil dari ikan asin tenggiri dan ikan teri karena merupakan makanan yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat Indonesia. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini, yaitu jenis ikan teri kering (*Stolephorus spp.*) yang berasal dari Muara Angke dan ikan asin tenggiri (*Scomberomorus sp.*) yang berasal dari laut dalam yang diolah di tempat pengasinan di Muara Angke. Pemilihan dua jenis sampel yang berasal dari ekologi muara dan laut dalam (10 – 70 meter) ini bertujuan untuk mendapatkan informasi mengenai perbandingan kadar logam timbal dan kadmium antara kedua ekologi tersebut.

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini dilakukan adalah :

- a. Mengetahui keberadaan timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada ikan asin tenggiri dan ikan teri.
- b. Mengetahui kadar timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada ikan asin tenggiri dan ikan teri.
- c. Membandingkan kadar timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada ikan asin tenggiri dan ikan teri dengan standar ambang batas timbal dan kadmium yang layak konsumsi menurut Badan Standarisasi Nasional 2009.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ikan Asin

Ikan asin merupakan bahan makanan yang banyak dikonsumsi masyarakat. (Esti, 2000). Menurut Badan Standarisasi Nasional (2009), ikan asin kering merupakan produk hasil perikanan dengan bahan baku ikan segar yang mengalami perlakuan sebagai berikut penerimaan, sortasi, pencucian I, penyiangan, pencucian II, pembentukan, pencucian III, penirisan, penggaraman, pencucian IV, pengeringan, sortasi, penimbangan, pengemasan dan pelabelan. Menurut Badan Standarisasi Nasional (2009), syarat bahan baku, bahan penolong dan bahan tambahan makanan adalah sebagai berikut:

- a. Semua jenis ikan segar belum mengalami pengolahan, bentuk bahan baku berupa ikan segar yang sudah atau belum disiangi. Bahan baku berasal dari perairan yang tidak tercemar.
- b. Bahan baku garam sesuai dengan syarat mutu garam bahan baku untuk industri garam beryodium.
- c. Bahan penolong dan bahan tambahan yang digunakan tidak merusak, mengubah komposisi.

Dalam penelitian ini, digunakan jenis ikan teri (*Stolephorus spp.*) dan ikan asin tenggiri dari jenis ikan tenggiri (*Scomberomerus sp.*).

2.1.1 Syarat Bahan Baku Ikan Asin

Badan Standarisasi Nasional (2006) menetapkan bahan baku diambil dari ikan teri utuh segar yang belum mengalami penyiangan atau pengolahan, asal bahan baku berasal dari perairan yang tidak tercemar. Bahan baku harus bersih, bebas dari setiap bau yang menandakan pembusukan, bebas dari tanda dekomposisi dan pemalsuan, bebas dari sifat-sifat alamiah lain yang dapat menurunkan mutu serta tidak membahayakan kesehatan.

Secara organoleptik bahan baku harus mempunyai karakteristik kesegaran seperti berikut memiliki penampakan mata cerah, cermelang; bau segar; dan tekstur elastis, padat dan kompak. Bahan baku disimpan dalam wadah yang baik dan diberi es sehingga suhu produk mencapai 0°C – 5°C.

2.1.3 Ikan Teri Kering (Brands, 2005)

Domain	: Eukariata
Kingdom	: Animalia
Filum	: Chordata
Kelas	: Osteichites
Ordo	: Clupeiformes
Famili	: Engraulidae
Genus	: Stolephorus

Ikan teri masuk dalam famili Engraulidae dengan nama ilmiah *Stolephorus* sp. morfologinya adalah badan seperti cerutu, sedikit silindris, bagian perut membulat, kepala pendek, moncong nampak jelas dan meruncing, anal sirip dubur sedikit kebelakang, duri-duri lemah sirip punggung dan warna pucat bila sisik terlepas (Genisa, 1999; Hutomo, *et al.*, 1987).

Ikan ini umumnya berukuran kecil sekitar 6-9 cm, tetapi ada pula yang berukuran relatif besar misalnya *Stolephorus commersoni* dan *S. indicus* dapat mencapai 17,5 cm. Kedua jenis terakhir ini lazim disebut teri glagah. Anggota dari marga *Stolephorus* mempunyai tanda-tanda khas yang membedakannya dari marga-marga anggota anak suku Engraulinae yang lain yaitu: sirip kaudal bercagak dan tidak bergabung dengan sirip anal serta duri abdominal hanya terdapat antara sirip pektoral dan ventral berjumlah tidak lebih dari 7 buah. *Stolephorus* umumnya tidak berwarna atau agak kemerah-merahan (Genisa, 1999; Hutomo, *et al.*, 1987).

2.1.4 Ikan Asin Tenggiri

Kingdom	: Animalia
Filum	: Chordata
Kelas	: Actinopterygii
Ordo	: Perciformes

Famili : Scombridae

Genus : Acanthocybium

Scomberomorus sp. atau dikenal dengan ikan tenggiri terdistribusi pada laut pasifik barat indo: dari afrika selatan dan laut merah menuju selatan asia sampai Indonesia dan tenggara dari Australia. Hidup di kedalaman 10 – 70 meter. Makanan utamanya adalah ikan kecil seperti teri, sardin, ikan selayang, cumi-cumi dan udang. Ditemukan dalam grup kecil dan dikenal sering melakukan migrasi yang jauh, tetapi terdapat juga populasi yang menetap. Memakan terutama ikan kecil seperti ikan teri, cumi-cumi, ikan sardin, ikan karangid (Pauly, 1996).

2.2 Logam Berat

Logam berat merupakan klasifikasi untuk logam yang menimbulkan toksisitas (Duffus, 2002). Keracunan logam berat dapat merusak sistem saraf pusat, mengganggu komposisi darah, paru-paru, ginjal, hati dan organ-organ vital lainnya. Pemaparan dalam jangka panjang dapat menurunkan proses degeneratif fisik, otot, dan saraf. Alergi juga dapat timbul dan kontak berulang dengan beberapa logam, atau komponennya dapat menyebabkan karsinogenitas. Sumber utama dari logam berat termasuk pertambangan dan industri seperti pengecoran, pengilangan minyak, petrokimia dan industri kimia, pipa besi yang terbuang, gas pembuangan bermotor dan juga pertambangan batu bara (Dinis, 2011). Menurut Scott (1981) unsur timbal dan kadmium biasa digunakan dalam industri dan menimbulkan toksisitas pada hewan dan pada proses aerobik dan anaerobik.

2.2.1 Kadmium

Kadmium digunakan pada penyepuhan logam, pembuatan logam campuran, dan terdapat pada solder perak (Dreisbach, 1994). Selain itu, kadmium juga banyak digunakan dalam industri baterai, plastik, dan pewarna di industri tekstil (Mihardja, 2001). Lapisan kadmium larut pada makanan asam seperti jus buah dan cuka. Ketika bahan dari kadmium dipanaskan diatas titik lelehnya (321°C), uap kadmium akan terlepas (Dreisbach, 1994). Patologi yang ditemukan pada kasus keracunan kadmium dalam pencernaan adalah peradangan pada saluran pencernaan dan kerusakan hati dan ginjal (Dreisbach, 1994).

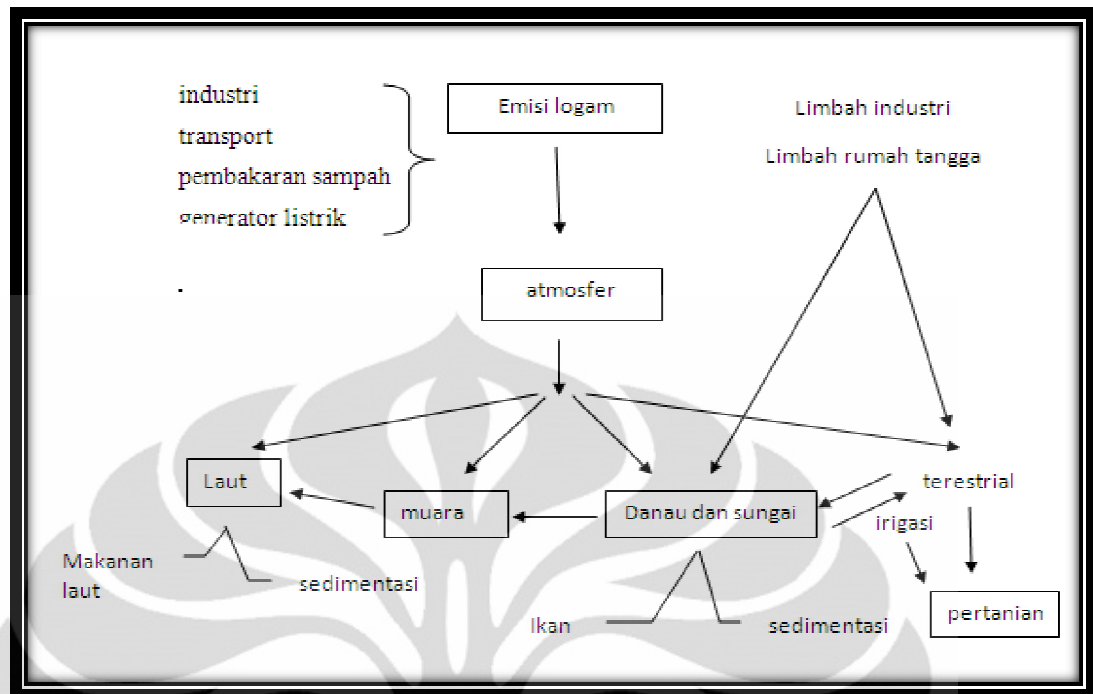
2.2.2 Timbal

Menurut WHO (2010), timbal merupakan logam berat berwarna abu-abu kebiruan. Timbal memiliki titik leleh yang rendah sehingga mudah dicetak dan dibentuk, dan juga dapat dikombinasi dengan logam lain membentuk logam paduan. Hal ini menyebabkan timbal banyak digunakan oleh manusia selama ribuan tahun. Saat ini timbal terdapat luas dalam beragam produk seperti pipa, baterai, tinta dan cat, kaca, amunisi dan pelapis kabel.

Manifestasi utama keracunan timbal adalah gangguan sistem pencernaan, gangguan sistem saraf pusat dan anemia. Keracunan akut akibat makanan, injeksi larutan atau penyerapan cepat komponen timbal dapat menimbulkan gejala sakit perut, muntah, diare, oliguria, pingsan, dan koma. Keracunan kronis umumnya disertai gejala awal seperti kehilangan nafsu makan, berat badan menurun, konstipasi, lesu, muntah, mudah lelah, sakit kepala, lemah, dan anemia. Keracunan timbal parah dapat menyebabkan muntah, ataksia, stupor atau letargi, gangguan penglihatan, peningkatan tekanan darah, paralisis saraf kranial, delirium, konvulsi, dan koma (Dreisbach dan Robertson, 1994).

2.2.3 Pencemaran Logam Berat

Logam berat, dalam jumlah besar, terpapar ke lingkungan melalui limbah industri, sampah organik, pembakaran sampah, generator listrik dan emisi transportasi. Logam berat dapat terbawa pada tempat yang jauh dari sumber dengan bantuan angin, tergantung apakah polusi itu berbentuk gas atau partikel (Agarwal, 2009).



[Sumber: Agarwal, 2009]

Gambar 2.1 Bagan Pencemaran Logam Berat “Telah Diolah Kembali”

Logam berat dalam air dapat berasal dari alam dan dari ulah manusia. Sumber utama logam berat dalam air adalah dari logam adalah bebatuan dan pelapukan bebatuan. Sejumlah besar logam berat di udara berasal dari tetesan air laut yang mengering, debu partikel dari volkano, erosi tanah, pelapukan bebatuan dan kebakaran hutan. Biodegradasi dari binatang dan tanaman juga memberikan kontribusi penting dalam peningkatan kadar logam dalam air (Agarwal, 2009).

Logam berat tidak dapat dihancurkan (non biodegradable), sekali logam berat tersebut masuk dalam tanah, atau air, akan menetap dalam jangka waktu lama (Agarwal, 2009). Logam dapat tersimpan di lingkungan kemudian terakumulasi melalui rantai makanan sehingga pada akhirnya akan mengancam kesehatan manusia (Indrakusuma, 2008).

2.3. Batas Cemar Logam Berat

Badan Standarisasi Nasional (2009) menetapkan batas maksimum cemaran logam kadmium pada ikan dan hasil olahannya sebesar 0,1 mg/kg. Batas maksimum cemaran logam plumbum pada ikan dan hasil olahannya sebesar 0,3 mg/kg.

Badan Kesehatan Dunia (WHO, 2010) membatasi paparan akumulatif dari logam timbal sebanyak 25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ berat badan per minggu, dan paparan akumulatif dari logam kadmium sebanyak 7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ berat badan per minggu.

2.4. Persiapan Sampel

Pada Spektrofotometer Serapan Atom, sampel dibutuhkan dalam bentuk cair atau larutan. Sampel yang berbentuk solid harus dilarutkan dengan pelarut yang sesuai. Apabila sampel tidak larut, sampel dapat di hancurkan, dengan *hot plate* atau dengan *microwave*, menggunakan HNO_3 , H_2SO_4 , atau HClO_4 . Cara alternatif yaitu, sampel dapat diekstraksi dengan *soxhlet* (Harvey, 2000). Sampel cair dapat langsung diidentifikasi tanpa perlu melakukan preparasi sampel. Larutan kompleks seperti darah dapat dilarutkan dengan air ultra murni (*ultrapure water*), untuk mengurangi gangguan dalam analisis. Apabila konsentrasi yang diuji diluar kapabilitas teknis, maka harus dilakukan pengekstraksian atau digunakan teknik lainnya (Settle, 1997).

2.4.1 Destruksi Basah

Destruksi basah merupakan suatu cara untuk menguraikan sampel menggunakan pelarut asam inorganik. Istilah serangan asam (*acid attack*) digunakan dalam prosedur ini (Namik, 2006).

Tabel 2.1 Sifat Dari Larutan Asam Mineral

Sifat	HCl	HNO_3	H_2SO_4	NClO_4	HF
Berat	36,46	63,01	98,08	100,46	20,01
Molekul					
Molaritas	12,0	14,2	18,0	9,9	28,9
Titik	110	122	338	203	112
Didih($^{\circ}\text{C}$)					

[Sumber: Namik, 2006]

Larutan asam yang digunakan pada destruksi basah dapat berupa *aqua regia*, asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, asam hidroklorida.

Aqua regia merupakan reagen yang disiapkan dengan mencampur 3 bagian HNO_3 dan 1 bagian HCl . *Aqua regia* merupakan campuran senyawa yang sangat reaktif; kekuatan oksidasi HNO_3 dan kompleks (Cl^-) dari HCl bekerja bersama. Produk reaktif seperti Cl_2 dan NOCl terbentuk, mereka memiliki kemampuan oksidasi yang lebih tinggi dari asam pembentuknya. Campuran ini dapat melarutkan sebagian besar logam, alloy, sulfida dan beberapa biji besi (Namik, 2006).

Asam nitrat pekat merupakan larutan pengoksidasi yang biasa digunakan untuk melarutkan unsur logam umum kecuali aluminium, kromium, gallium, indium, dan thorium, unsur tersebut larut sangat lambat karena membentuk lapisan pelindung oksidasi (Patnaik, 2004).

Asam sulfat biasa digunakan untuk melarutkan senyawa organik, kebanyakan logam dapat larut bila digunakan asam sulfat pekat panas. Asam sulfat pekat efektif sebagai pelarut bila suhunya mencapai titik didih (sekitar 340°C) (Patnaik, 2004).

Asam perklorat pekat yang panas merupakan agen pengoksidasi dan pelarut yang baik, dapat menyerang banyak logam dan baja. Akan tetapi, perlakuan sampel menggunakan asam perklorat harus dilakukan dengan pelindung khusus (Patnaik, 2004).

Terdapat beberapa keuntungan menggunakan destruksi basah. Mineral biasanya tetap berada dalam larutan, sehingga hanya sedikit bagian yang hilang saat penguapan karena menggunakan temperatur yang rendah. Waktu oksidasi cepat. Kekurangan dari destruksi basah adalah dibutuhkan reagen korosif dan perhatian penuh dari operator, dan hanya sebagian kecil sampel dapat di kerjakan dalam satu waktu (Nielsen, 2010).

Terdapat dua sistem dalam destruksi basah yaitu sistem tertutup dan sistem terbuka. Sistem destruksi basah terbuka yaitu campuran sampel dan reagen asam dipanaskan secara terbuka dengan *hot plate*. Sedangkan destruksi basah tertutup reaksi pelarutan dan pemecahan dilakukan dalam wadah tertutup yang lebih aman terhadap penguapan dan pemuaiian dari bahan (Nammik, 2006).

2.4.2 Destruksi *Microwave*

Destruksi *microwave* menggunakan peralatan *microwave* dalam pendestruksian. Penggunaan peralatan *microwave* mengurangi waktu preparasi sampai hitungan menit. Kedua destruksi basah maupun destruksi kering dapat menggunakan peralatan *microwave* dari pada menggunakan cara tradisional, seperti penggunaan tungku perapian untuk destruksi kering dan *beaker* pada *hotplate* untuk destruksi basah (Nielsen, 2010).

2.5 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

SSA adalah suatu alat analisa untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang berdasar pada penyerapan radiasi oleh atom-atom bebas tersebut. Berbagai unsur dapat ditentukan dengan alat ini mulai dari analisa runutan (*trace element*) sampai dengan analisa komponen utama. Alat ini sangat spesifik dimana batas deteksinya sangat rendah, dari satu larutan contoh dapat ditentukan langsung unsur lain tanpa pemisahan terlebih dulu dan output data dapat dibaca langsung yang sangat ekonomis. Dalam laboratorium alat ini telah banyak membantu penyederhanaan prosedur dan efektivitas waktu, terutama dalam analisa logam-logam berat (Tarigan, 1990).

Spektrofotometri serapan atom ditemukan oleh Walsh dan Alkemande dan Melatz pada awal sampai pertengahan tahun 1950an. Spektrofotometri serapan atom merupakan teknik yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur logam dan metaloid dengan konsentrasi sangat kecil ($\mu\text{g/mL}$) dan *ultratrace* (sub- $\mu\text{g/mL}$) dalam unsur atau logam pada variasi sampel yang luas, pengaplikasiannya digunakan untuk mengidentifikasi unsur pada biologikal, klinikal, lingkungan, makanan dan sampel geologikal (Settle, 1997).

2.5.1 Prinsip Dasar Spektrofotometri Serapan Atom

Prinsip dasar dari spektrofotometri serapan atom adalah tubrukan radiasi (cahaya) dengan panjang gelombang spesifik ke atom yang sebelumnya telah di berada pada tingkat energi dasar (*ground-state atom*). Atom tersebut akan menyerap radiasi ini dan akan timbul transisi ke tingkat energi yang tinggi. Intensitas dari transisi tersebut berhubungan dengan konsentrasi awal atom pada

tingkat energi dasar (Settle, 1997). Proses atomisasi, yaitu mengubah analit dari bentuk padat, cair, atau larutan membentuk atom-atom gas bebas dilakukan dengan energi dari api atau arus listrik (Harvey, 2000). 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* (Harmita, 2006). Hal ini dapat dirumuskan sebagai berikut:

$$T = P/P_o \quad (2.1)$$

Dimana T merupakan transmisi, P merupakan energi dari sumber cahaya yang melewati zona sampel, dan P_o merupakan sumber energi sumber cahaya sebelum melalui zona sampel. Jarak zona sampel, b , relatif panjang untuk memaksimalkan jumlah cahaya yang diserap oleh atom. Jumlah cahaya yang diserap tergantung dari koefisien serapan atom, k . Nilai ini berhubungan dengan nomor atom per cm^3 pada sel atom, n ; probabilitas Einstein untuk proses absorpsi; dan perbedaan energi antara dua tingkat transisi. Singkatnya dari seluruh konstanta tersebut dikombinasikan menjadi satu konstanta, disebut *absorptivitas*, a , k berhubungan secara eksponensial terhadap transmisi sebagai berikut:

$$T = P/P_o = e^{-kb} \quad (2.2)$$

Dalam praktik, nilai serapan, A , digunakan pada AAS dan berhubungan dengan logaritma terhadap transmisi sebagai berikut:

$$A = -\log T = -\log P/P_o = \log P_o/P = \log 1/T = kb \log e = 0,43 kb \quad (2.3)$$

Pada hukum Beer-Lambert berhubungan dengan A pada konsentrasi unsur pada atom sel, c , sebagai berikut:

$$A = abc \text{ atau } A = \epsilon_o bc \quad (2.4)$$

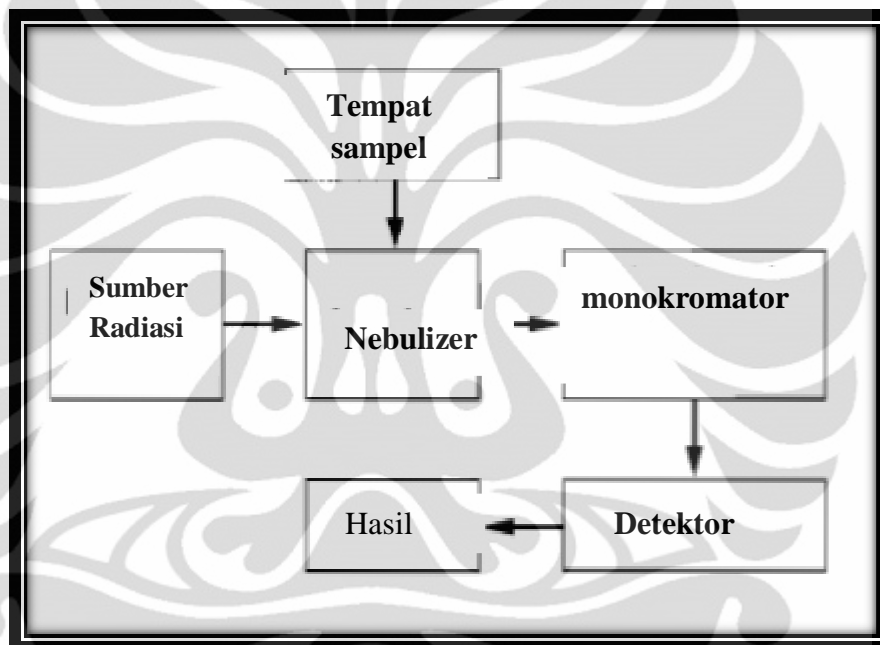
Dimana a merupakan nilai absorpsi dalam $\text{g/L} \cdot \text{cm}$, ϵ_o adalah absorpsi molar dalam $\text{g/mol} \cdot \text{cm}$, dan b adalah lebar sel atom dalam cm . AAS mempengaruhi pengukuran dalam intensitas cahaya P_o sampai P (tergantung dari konsentrasi unsur). Intensitas transisi yang paling banyak digunakan berasal dari transisi dari *ground state* menuju keadaan tereksitasi pertama (resonansi transisi) karena transisi tersebut yang paling sensitif (Settle, 1997).

2.5.2 Sistem Instrumentasi

Instrumentasi secara sederhana terdiri dari spektrofotometer, sumber cahaya, dan nebulizer (*atomizer*).

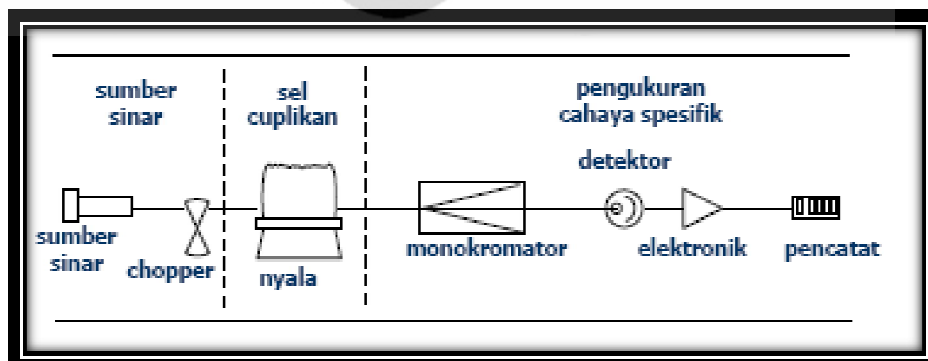
2.5.2.1 Spektrofotometri Serapan Atom (AAS)

Peralatan spektrofotometri serapan atom terdiri dari enam komponen utama: sumber radiasi (cahaya), nebulizer, sistem pemasukkan sampel (*sample introduction system*), monokromator (alat Pemilihan atau pemisahan dari radiasi), sistem detektor, dan mesin pembaca.



[Sumber: Settle, 1997]

Gambar 2.2 Diagram Skematik Untuk Spektrofotometer Serapan Atom

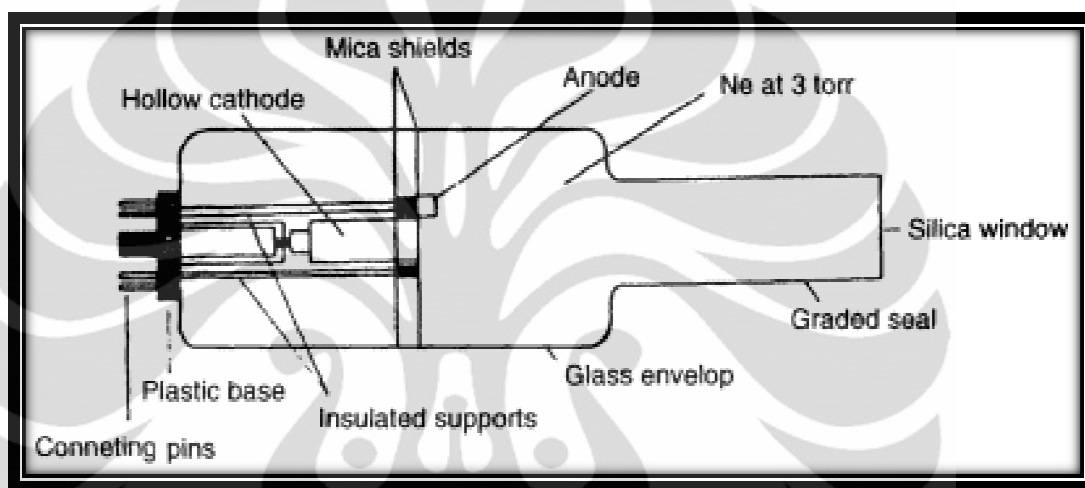


[Sumber: Anonim, 1996]

Gambar 2.3 Komponen Spektrofotometer Serapan Atom

2.5.2.2 Sumber Cahaya

Sumber cahaya yang biasa digunakan adalah sumber cahaya garis, yaitu lampu katoda rongga atau *hallow cathode lamp* (HCL) dan *electrodeless discharge lamp* (EDL). HCL merupakan sumber garis, dimana setiap logam baru atau unsur yang akan diidentifikasi membutuhkan lampu terpisah. Beberapa lampu disediakan dalam unsur ganda seperti Ca-Mg dan Cr-Fe-Ni, dimana katode dibuat dalam dua atau tiga logam dengan sifat yang mirip (Settle, 1997).



Gambar 2.4 Skema *Hallow cathode lamp* (Ebdon, 1998)

Hallow Cathode Lamp merupakan lampu yang ditutupi gelas diisi dengan gas inert, biasanya neon, argon, atau terkadang helium, pada tekanan 1 – 5 torr dan katoda rongga dibuat dari unsur murni senyawa yang diinginkan. Tegangan yang diberikan diantara anode (positif) dan katode (negatif) adalah 500 V dimana arus sekitar 2 sampai 30 mA. Gas pengisi terionisasi pada anode, dan ion positif terbentuk ($\text{Ar} + e^- = \text{Ar}^+ + e^- + e^-$) dan dipercepat dengan adanya muatan pada katoda negatif. Ion tersebut lalu menubruk atau menyerang katoda, menyebabkan ion logam terlepas dari katoda. Tabrakan lebih lanjut akan merangsang atom logam dan ion logam yang tereksitasi memproduksi spektrum spesifik dari logam yang diinginkan ketika logam tersebut kembali pada tingkat energi dasar atau *ground state*. Lampu katoda ini berfungsi sebagai sumber cahaya untuk memberikan energi sehingga unsur logam yang diuji akan mudah tereksitasi.

Katoda pada lampu ini dibuat dari logam yang sama dengan unsur yang dianalisis (Settle, 1997).

Electorodess-discharge lamp merupakan sumber untuk spektrum atom garis. Pada lampu ini biasanya lebih kuat satu sampai dua kali lipat dari pasangannya *hollow-cathode*. Disusun dari wadah quartz yang terisi gas inert, seperti argon, dalam tekanan beberapa torr dan sejumlah logam analit (atau garamnya). Lampu tersebut tidak terdapat elektroda tetapi mendapat daya dari radiofrekuensi atau radiasi *microwave*. Argon akan terion dan ion tersebut dipercepat dengan frekuensi tinggi sampai mendapatkan cukup energi untuk mengeksitasi (dengan tabrakan) atom-atom dari logam yang spektrumnya dicari (Skoog, dkk., 2004).

2.5.2.3 Nebulizer

Pada spektrofotometri serapan atom nyala, sampel biasanya dimasukkan ke dalam nyala api sampai menjadi aerosol halus. Bahan bakar yang biasa digunakan dalam SSA nyala adalah udara-asetilen (udara merupakan oksidan dan asetilen adalah bahan bakar) dan nitrous oksid-asetilen (nitrous okside adalah oksidan dan asetilen merupakan bahan bakar). Tujuan dari nyala api tersebut adalah memecah molekul menjadi atom. Udara-asetilen (2500°K) dapat digunakan secara efektif untuk 40 sampai 50 unsur dalam tabel periodik. Sisa 10 sampai 20 unsur dalam tabel periodik membutuhkan nyala api yang lebih panas menggunakan nyala api nitrous oxide-asetilen (3200°K). Api panjang dan tipis merupakan nyala yang dibutuhkan untuk mendapatkan hasil sensitifitas yang maksimum (Settle, 1997).

2.5.3 Jenis-Jenis Gangguan

Gangguan yang mungkin terjadi pada analisa dengan spektrofotometer serapan atom adalah gangguan seperti gangguan kimia, fisika, dan spektra.

2.5.3.1 Gangguan Kimia

Gangguan kimia biasanya memperkecil populasi atom pada level energi terendah. Gangguan uap terjadi karena terbentuknya senyawa seperti oksida atau

klorida, atau karena terbentuknya ion. Gangguan lainnya yaitu terjadi karena senyawa yang sukar menguap atau sukar terdisosiasi dalam nyala. Hal ini terjadi pada nyala ketika pelarut menguap meninggalkan partikel-partikel padat (Harmita, 2006). Gangguan kimia ini dapat dihindari apabila digunakan suhu temperatur nyala yang lebih tinggi (Vandecasteele, 1993).

2.5.3.2 Gangguan Fisika

Gangguan fisika seperti kekentalan mempengaruhi laju penyemprotan dan mempengaruhi konsentrasi atom dalam nyala. 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 sensitivitas dapat dinaikkan 3 sampai 5 kali bila dibandingkan dengan pelarut air. Hal ini disebabkan karena pelarut organik mempercepat penyemprotan (kekentalan rendah), cepat menguap, mengurangi penurunan suhu nyala, menaikkan kondisi, mereduksi nyala (Harmita, 2006). Selain itu kekentalan juga dapat dihindari dengan menyamakan *matrix* (Vandecasteele, 1993).

2.5.3.3 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*) umumnya dijumpai pada *Flame Emission Spectrometry*, sedangkan pada AAS gangguan ini hampir tidak ada karena digunakan sumber cahaya yang spesifik untuk unsur yang bersangkutan (Harmita, 2006).

2.6 Validasi Metode Analisis

Validasi merupakan syarat dasar untuk memastikan kualitas dan keandalan hasil dari seluruh aplikasi analisis (Ermer, 2005) yaitu dengan melakukan penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2006).

2.6.1 Kecermatan (Akurasi)

Kecermatan prosedur analitik menunjukkan kedekatan antara nilai yang diterima sebagai nilai kebenaran konvensional atau nilai sebenarnya dibandingkan dengan nilai yang diperoleh. Biasanya, kecermatan di validasikan dengan menganalisis campuran sintesis senyawa yang telah diketahui kadarnya. Lalu, hasil percobaan diperoleh jumlah senyawa yang lalu dibandingkan dengan kadar sebenarnya, sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) (Ermer, 2005)

Kriteria cermat diberikan jika hasil analisis memberikan nilai antara 98%-102%. Untuk sampel hayati, baik biologis maupun nabati, syarat akurasi yang baik adalah $\pm 10\%$ dari syarat akurasi untuk sediaan (98%-102%) (Harmita, 2006).

$$\% \quad h = \frac{\text{---}}{\text{---}} \times 100\% \quad (2.5)$$

2.6.2 Keseksamaan (Presisi)

Keseksamaan merupakan prosedur analisis yang menunjukkan derajat kesesuaian hasil uji individual yang ditetapkan secara berulang pada sampel-sampel dengan kondisi yang homogen. Keseksamaan dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*), keseksamaan antara (*intermediate precision*), dan ketertiruan (*reproducibility*). Keseksamaan harus diperoleh menggunakan sampel otentik. Sebagai parameter, simpangan baku dan simpangan baku relatif harus dihitung pada setiap tingkatan. Keterulangan menyatakan variabilitas analisis pada kondisi operasi yang sama pada interval waktu yang singkat. Sedikitnya harus dilakukan enam pengujian pada konsentrasi tertentu untuk menentukan keterulangan. Keseksamaan antara meliputi pengaruh efek acak tambahan dalam laboratorium, sesuai dengan tujuan penggunaan prosedur, misalnya berbeda hari, analis, dan peralatan. Ketertiruan adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Apabila analisis dilakukan pada laboratorium-laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analis yang berbeda (Ermer, 2005).

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (koefisien variasi) sebesar $\pm 2^{(1-0,5\log C)}$ menurut rumus Horwitz, dengan catatan C adalah nilai konsentrasi.

$$= \frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n} \quad (2.6)$$

$$= \frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n} \times 100\% \quad (2.7)$$

Sehingga diperoleh kriteria nilai koefisien variasi meningkat seiring penurunan konsentrasi (Jerome, 2006).

Konsentrasi relatif	KV
10^0	2,00
10^{-2}	4,00
10^{-4}	8,00
10^{-6}	16,00
10^{-9}	45,25

Tabel 2.6.2 Perhitungan nilai kriteria KV dari fungsi Horwitz.

2.6.3 Selektivitas (Spesifisitas)

Selektivitas merupakan metode untuk mengukur analit tertentu dengan adanya komponen lain. Komponen lain yang dimaksud biasanya berupa pengotor, matriks sampel, senyawa hasil urai (Ermer, 2005). Selektivitas seringkali dapat dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (*degree of bias*) metode yang dilakukan terhadap sampel yang mengandung bahan yang ditambahkan berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya, dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan (Harmita, 2006).

2.6.4 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. Linearitas diperoleh dengan mengukur konsentrasi standar yang berbeda, dengan minimal 5

konsentrasi. Data yang diperoleh kemudian diproses menggunakan regresi linier, sehingga didapat nilai *slope*, intersep, dan koefisien korelasi (Harmita, 2006). Rentang dari prosedur analitik adalah interval dari nilai tertinggi dan terendah konsentrasi analit dalam sampel yang ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas (Harmita, 2006; Ermer, 2005). Persyaratan untuk uji linearitas meliputi : koefisien korelasi $r \geq 0,9990$; $(r_i)^2 \approx 0$; $V_{x0} \leq 2,0\%$; dan kepekaan analisis $(\Delta y/\Delta x)$ saling mendekati satu sama lain (Harmita, 2006).

2.6.5 Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi tetapi tidak perlu penilaian kuantitatif. Batas kuantitasi merupakan konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang secara kuantitatif dapat memenuhi kriteria keseksamaan dan kecermatan (Ermer, 2005).

Penentuan batas deteksi pada analisis yang menggunakan instrumen, batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blanko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku blanko. Simpangan baku blanko (S_b) sama dengan simpangan baku residual ($S_{y/x}$) (Harmita, 2006).

Batas deteksi (LOD) dihitung dengan menggunakan rumus:

$$= \frac{3}{S_b}$$

Batas kuantitasi (LOQ) dihitung dengan menggunakan rumus:

$$= \frac{10}{S_b}$$

2.6.6 Ketangguhan

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. Ketangguhan biasanya dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh peredaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji. Ketangguhan metode merupakan ukuran ketertiruan pada kondisi operasi normal antara lab dan antar analisis (Harmita, 2006).

2.6.7 Kekuatan

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



BAB 3 METODELOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian I Kimia Kualitatif, Departement Farmasi Falkutas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia, Depok dari bulan Februari hingga Mei 2011.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Peralatan yang akan digunakan di dalam penelitian ini adalah spektrofotometer serapan atom Shimadzu AA 6300, lampu katoda berongga timbal dan kadmium, timbangan analitik, *microwave digestion* Milestone Start D, mikropipet Socorex, kertas saring Whatman no.41, penyaring *Buchner*, dan alat-alat gelas.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan di dalam penelitian ini adalah ikan teri kering (*Stolephorus spp.*) dan ikan asin tenggiri (*Scomberomorus sp.*) yang diperoleh di pengasinan ikan di Muara Angke, larutan timbal (II) nitrat ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) (Merck), larutan kadmium (II) nitrat ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$) (Merck), asam nitrat pekat (HNO_3 65%) (Merck), dan aqua demineralisata (CV. Bening Rezeki).

3.3 Cara Kerja

3.3.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

3.3.2.1 Kurva Kalibrasi Timbal

Larutan induk timbal ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) 1000 ppm dipipet sebanyak 1,0 mL, lalu dimasukkan ke labu ukur 100,0 mL. *Aqua demineralisata* ditambahkan hingga batas labu ukur sehingga diperoleh larutan konsentrasi 10,0 ppm. Larutan 10,0 ppm dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke labu ukur 100,0 mL. *Aqua demineralisata* ditambahkan hingga batas labu ukur. Larutan memiliki konsentrasi 1,0 ppm.

Larutan konsentrasi 1,0 ppm dipipet dengan mikropipet Socorex 0,6, 0,8, lalu dimasukkan ke labu ukur 10,0 mL; dan larutan konsentrasi 10,0 ppm dipipet

dengan mikropipet Socorex 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 1,0 mL dimasukkan ke labu ukur 10,0 mL; lalu ditambahkan *aqua demineralisata* sampai batas volume labu ukur. Hasilnya diperoleh larutan standar konsentrasi 0,06; 0,08; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60 dan 1,00 ppm.

Larutan standar yang telah dibuat masing-masing diukur serapannya dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm. Hasilnya diplot sehingga menjadi kurva kalibrasi (Badan Standarisasi Nasional, 2009; Badan Standarisasi Nasional, 2006).

3.3.2.3 Kurva Kalibrasi Kadmium

Larutan induk kadmium ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$) 1000 ppm dipipet 1,0 mL, dimasukkan ke labu ukur 100,0 mL, lalu ditambahkan *aqua demineralisata* sampai batas labu ukur. Diperoleh larutan dengan konsentrasi 10,0 ppm. Lalu larutan tersebut dipipet 10,0 mL, dimasukkan ke labu ukur 100,0 mL dan ditambahkan *aqua demineralisata* hingga batas labu ukur. Diperoleh larutan dengan konsentrasi 1,0 ppm.

Larutan konsentrasi 1,0 ppm dipipet dengan mikropipet Socorex 0,2; 0,4, 0,6; dan 0,8 mL dimasukkan ke labu ukur 10,0 mL; larutan konsentrasi 10,0 ppm dipipet dengan mikropipet Socorex 0,1 dan 0,2 mL dimasukkan ke labu ukur 10,0 mL; dan ditambahkan *aqua demineralisata* sampai batas volume labu ukur. Hasilnya diperoleh larutan standar konsentrasi 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; dan 0,20 ppm.

Larutan standar yang telah dibuat tersebut masing-masing diukur serapannya dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 228,8 nm, lalu hasilnya diplot menjadi kurva kalibrasi (Badan Standarisasi Nasional, 2006).

3.3.3 Validasi Metode Analisis

3.3.3.1 Uji Kecermatan (*Accuracy*)

Uji kecermatan digunakan untuk mengukur kedekatan nilai uji dengan hasil yang diharapkan (Harvey, 2000). Uji kecermatan dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK). Cara untuk mendapatkan perolehan kembali digunakan

metode adisi. Larutan pertama ditambahkan standar dan larutan kedua tidak ditambahkan standar (sebagai blangko).

Untuk uji perolehan kembali timbal, sampel ditimbang seksama 2,0 g ke dalam bejana TFM dan dibuat empat kelompok. Ke dalam masing-masing kelompok ditambahkan perlahan-lahan 8,0 mL HNO₃ pekat (65%) dan diaduk homogen. Pada kelompok pertama, tidak ditambahkan larutan standar (berfungsi sebagai blangko). Pada kelompok kedua dan ketiga ditambahkan 600,0 dan 1000,0 µL dari larutan standar timbal konsentrasi 1,0 ppm. Pada kelompok keempat ditambahkan 600,0 µL dari larutan standar timbal konsentrasi 10,0 ppm. Bejana dimasukkan ke dalam pelindung HTC lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam *microwave* lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180°C selama 30 menit. Setelah proses destruksi selesai, bejana didinginkan sampai suhu kamar lalu larutan hasil destruksi disaring dengan kertas saring Whatman No. 41 ke dalam labu ukur 10,0 mL, kemudian kertas saring dibilas dengan *aqua demineralisata*. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga batas dengan *aqua demineralisata* sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,06; 0,10; dan 0,60 ppm dan dibuat enam kali ulangan.

Untuk uji perolehan kembali kadmium, sampel ditimbang seksama 2,0 g ke dalam bejana TFM dan dibuat empat kelompok. Ke dalam masing-masing kelompok ditambahkan perlahan-lahan 8,0 mL HNO₃ pekat (65%) dan diaduk homogen. Pada kelompok pertama, tidak ditambahkan larutan standar (berfungsi sebagai blangko). Pada kelompok kedua, ketiga, dan keempat, secara berurutan ditambahkan 200,0; 600,0; dan 1000,0 µL dari larutan standar kadmium konsentrasi 1,0 ppm. Bejana dimasukkan ke dalam pelindung HTC lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam *microwave* lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180°C selama 30 menit. Setelah proses destruksi selesai, bejana didinginkan sampai suhu kamar lalu larutan hasil destruksi disaring dengan kertas saring Whatman No. 41 ke dalam labu ukur 10,0 mL, kemudian kertas saring dibilas dengan *aqua demineralisata*. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga batas

dengan *aqua demineralisata* sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,02; 0,06; dan 0,10 ppm dan dibuat enam kali ulangan.

Semua larutan, baik larutan hasil destruksi yang ditambahkan standar, larutan hasil destruksi yang tidak ditambahkan standar, maupun larutan standar yang ditambahkan diukur dengan spektrofotometri serapan atom. Kemudian, hasil serapan dicatat, dihitung konsentrasi masing-masing, dan dihitung UPK dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{UPK} = \frac{C1 - C2}{S} \times 100\% \quad (3.1)$$

Keterangan :

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

3.3.3.2 Uji Presisi

Uji presisi dilakukan dengan cara mengukur serapan dari sampel yang ditambahkan dengan standar pada tiga konsentrasi, yaitu konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi (AOAC, 1998; ICH, 1996).

Untuk uji presisi timbal, sampel ditimbang seksama 2,0 g ke dalam bejana TFM dan dibuat 3 kelompok. Ke dalam masing-masing kelompok ditambahkan perlahan-lahan 8,0 mL HNO₃ pekat (65%) dan diaduk homogen, kemudian secara berurutan ditambahkan 600,0; 1000,0; dari larutan standar timbal konsentrasi 1,0 ppm dan 600,0 µL dari larutan standar timbal konsentrasi 10,0 ppm. Bejana dimasukkan ke dalam pelindung HTC lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam *microwave* lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180°C selama 30 menit. Setelah proses destruksi selesai, bejana didinginkan sampai suhu kamar lalu larutan hasil destruksi disaring dengan kertas saring Whatman No. 41 ke dalam labu ukur 10,0 mL, kemudian kertas saring dibilas dengan *aqua demineralisata*. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga batas dengan *aqua demineralisata* sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,06; 0,10; dan 0,60 ppm dan dibuat enam kali ulangan

Untuk uji presisi kadmium, sampel ditimbang seksama 2,0 g ke dalam bejana TFM dan dibuat tiga kelompok. Ke dalam masing-masing kelompok ditambahkan perlahan-lahan 8,0 mL HNO₃ pekat (65%) dan diaduk homogen, kemudian secara berurutan ditambahkan 200,0; 600,0; 1000,0 µL dari larutan standar kadmium konsentrasi 1,0 ppm. Bejana dimasukkan ke dalam pelindung HTC lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam *microwave* lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180°C selama 30 menit. Setelah proses destruksi selesai, bejana didinginkan sampai suhu kamar lalu larutan hasil destruksi disaring dengan kertas saring Whatman No. 41 ke dalam labu ukur 10,0 mL, kemudian kertas saring dibilas dengan *aqua demineralisata*. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga batas dengan *aqua demineralisata* sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,02; 0,06; dan 0,10 ppm dan dibuat enam kali ulangan.

Rumus untuk perhitungan simpangan baku (simpangan deviasi) dan koefisien variasi pada uji presisi adalah sebagai berikut :

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n}} \quad (3.2)$$

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (3.3)$$

3.3.3.4 Uji Linearitas

Persamaan garis linier yang diperoleh dari kurva kalibrasi timbal dan kadmium digunakan untuk menghitung faktor-faktor kelinearan garis, yaitu r , r_i^2 , V_{xo} , dan $\Delta y/\Delta x$. Rumus yang digunakan dalam perhitungan adalah: (Harmita, 2006)

$$(r_i)^2 = [y_i - (bx_i + a)]^2 \quad (3.4)$$

$$V_{xo} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (3.5)$$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(y - \hat{y})^2}{n-2}} \quad (3.6)$$

3.3.3.6 Uji Sensitivitas (Batas Deteksi/ LOD dan Batas Kuantitasi/ LOQ)

Limit deteksi dapat diartikan sebagai kadar terendah atau berat analit terkecil yang dapat diukur pada tingkat tertentu, limit deteksi sering diartikan

sebagai nilai konsentrasi dimana perbandingan antara *signa* dan *noise* pada nilai yang dapat diterima. Batas kuantitatif merupakan kadar terkecil yang dalam pengukuran memiliki nilai kuantitatif yang berarti. Nilai LOQ biasanya 10 kali nilai perbandingan *signal/noise* (Sy/x) (Mitra, 2003). Dengan metode statistik, LOD dan LOQ ditentukan dari hasil kurva kalibrasi yang diperoleh. Rumus untuk perhitungan LOD dan LOQ adalah sebagai berikut: (Harmita, 2006)

$$= \frac{3.3 \times \text{LOD}}{b} \quad (3.7)$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times \text{LOD}}{b} \quad (3.8)$$

Keterangan:

Nilai b merupakan nilai kemiringan (slope) dari persamaan kurva kalibrasi $y = a + bx$ (Harmita, 2006).

3.3.4 Penyiapan Sampel

3.3.4.1 Metode Pengambilan Sampel

Sampel diambil dari jenis ikan teri (*Stolephorus spp.*) dan ikan asin tenggiri dari jenis ikan tenggiri (*Scomberomerus sp.*). Ikan teri dan ikan asin tenggiri diperoleh di pengasinan ikan Muara Angke pada bulan Januari.

3.3.4.2 Preparasi Sampel

Produk kering dilumatkan/dihaluskan contoh dengan alat pelumat dan sejenisnya hingga menjadi partikel kecil. Tempatkan contoh dalam wadah *polystyrene* yang bersih dan tertutup. Jika contoh tidak langsung dianalisa, simpan sampel dalam suhu ruang sampai saatnya untuk dianalisa (Badan Standarisasi Nasional, 2006).

3.3.4.3 Pengeringan Produk Basah

Menurut Badan Standarisasi Nasional (2006), mengenai tahapan pengeringan produk basah untuk uji logam Pb pada produk ikan, masukkan sampel basah ke dalam wadah dan ratakan dengan menggunakan sendok plastik keringkan dalam oven selama 18 jam pada suhu 105°C. Setelah sampel kering, dinginkan dalam desikator selama 30 menit.

3.3.4.4 Metode Destruksi

Metode destruksi yang digunakan adalah cara basah. Sampel yang telah dikeringkan dan dihaluskan diperlakukan dengan bantuan alat *microwave digestion system*. Jumlah sampel yang didestruksi adalah 2,0 g.

Bejana TFM diletakkan di atas timbangan analitik dan timbangan tersebut dinolkan. Sampel ditimbang $\pm 2,0$ g ke dalam bejana, lalu ditambahkan perlahan-lahan 8,0 mL HNO₃ pekat (65%) dan diaduk homogen. Bejana dimasukkan ke dalam pelindung HTC lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam *microwave* lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180°C selama 30 menit.

Setelah proses destruksi selesai, bejana didinginkan sampai suhu kamar lalu larutan hasil destruksi disaring dengan kertas saring Whatman No. 41 ke dalam labu ukur 10,0 mL, kemudian kertas saring dibilas dengan *aqua demineralisata*. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga batas dengan *aqua demineralisata*. Destruksi sampel dilakukan sebanyak tiga kali ulangan.

3.3.5 Penentuan Timbal dan Kadmium Dalam Sampel

3.3.5.1 Penentuan Timbal Dalam Sampel

Untuk menentukan kadar timbal mula-mula dilakukan pengukuran larutan standar yang telah dipersiapkan terlebih dahulu sehingga diperoleh kurva kalibrasi dari larutan standar 0,06; 0,08; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; dan 1,00 ppm. Setelah itu baru dilakukan pengukuran serapan sampel.

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom.

Panjang gelombang : 283,3 nm

Gas pembakar : Asetilen, kecepatan aliran 2,0 L/menit

Oksidan : Udara, kecepatan aliran 15,0 L/menit

Tinggi *burner* : 7 mm

(Shimadzu, 2007)

3.3.5.2 Penentuan Kadmium Dalam Sampel

Untuk menentukan kadar kadmium mula-mula dilakukan pengukuran larutan standar yang telah dipersiapkan terlebih dahulu sehingga diperoleh kurva kalibrasi dari larutan standar 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; dan 0,20 ppm. Setelah itu baru dilakukan pengukuran serapan sampel.

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom.

Panjang gelombang : 228,8 nm

Gas pembakar : Asetilen, kecepatan aliran 1,8 L/menit

Oksidan : Udara, kecepatan aliran 15,0 L/menit

Tinggi *burner* : 7 mm

(Shimadzu, 2007)

3.3.5.3 Perhitungan Kadar Logam

Perhitungan kadar logam dalam sampel bobot kering dapat digunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar logam } (\mu\text{g/g bobot kering}) = \frac{D}{W} \times V \quad (3.9)$$

D = Kadar sampel ($\mu\text{g/mL}$) dari hasil pembacaan SSA

W = Berat sampel kering (g)

V = Volume akhir larutan contoh yang disiapkan (mL)

(Badan Standarisasi Nasional, 2006)

BAB 4

HASIL PERCOBAAN DAN PEMBAHASAN

4.1. Pengambilan Sampel

Sampel yang diamati adalah ikan teri yang dikeringkan dan ikan asin tenggiri yang diambil pada bulan Januari 2011 pada pengasinan ikan di Muara Angke.

Sampel ikan teri yang diambil merupakan ikan teri jenis *Stolephorus spp.* yang berasal dari Muara Angke dikeringkan dan dijadikan serbuk.

Sampel ikan asin tenggiri merupakan jenis *Scomberomorus sp.* yang diperoleh di tempat pengasinan ikan di Muara Angke, ikan tenggiri segar sendiri berasal dari laut dalam di sekitar lautan Jawa. Sampel ikan asin tenggiri diambil hanya bagian daging saja yang merupakan bagian yang dapat dikonsumsi. Sampel lalu dibungkus dengan kertas koran, diberi label, lalu dimasukkan ke dalam kotak plastik untuk dibawa ke laboratorium analisis.

Pada penelitian sebelumnya (Hutagalung, 1892) menunjukkan ikan-ikan di perairan Muara Angke telah tercemar logam berat seperti Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd). Sehingga dapat diduga ikan teri kering mengandung kadar kontaminasi logam berat yang tinggi. Sedangkan ikan tenggiri merupakan jenis ikan predator sehingga dicurigai kadar logam berat dapat terakumulasi didalamnya.

4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi terlebih dahulu diawali dengan membuat seri pengenceran larutan standar timbal dan kadmium. Pengenceran dilakukan dari larutan induk dan dibuat 6 konsentrasi larutan. Pengenceran dilakukan dengan hati-hati dan teliti agar memberikan hasil yang kuantitatif. Untuk timbal dibuat konsentrasi 1,0000; 0,6000; 0,4000; 0,2000; 0,1000; 0,0800 dan 0,0600 ppm. Untuk kadmium dibuat konsentrasi 0,2000; 0,1000; 0,0800; 0,0600; 0,0400 dan 0,0200 ppm. Konsentrasi ini dipilih agar hasil serapan dapat mencakup hasil serapan sampel yang akan dianalisis.

Pengukuran serapan dilakukan dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang yang spesifik untuk masing-masing logam. Pengukuran

timbangan dilakukan pada panjang gelombang 283,3 nm dan pengukuran kadmium dilakukan pada panjang gelombang 228,8 nm. Hasil pengukuran serapan kemudian diplot lalu diperoleh kurva kalibrasi dan persamaan garis liniernya.

Persamaan garis linier untuk standar timbal yaitu $y = 0,015582 + 0,05138956x$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,9999. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Tabel 4.2. Sedangkan persamaan garis linier untuk standar kadmium adalah $y = 0,003256 + 0,73313115x$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,9999. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan Tabel 4.9.

4.3 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis diperlukan untuk membuktikan bahwa metode yang digunakan dalam penelitian ini memenuhi persyaratan sehingga dapat dinyatakan bahwa data yang diperoleh selama penelitian merupakan hasil yang baik dan dapat dipercaya.

4.3.1 Uji Linearitas

Uji linearitas dilakukan dengan menghitung faktor-faktor kelinearan garis, yaitu r , V_{xo} , dan $\Delta y/\Delta x$. Garis dinyatakan memenuhi uji linearitas apabila koefisien korelasi $r \geq 0,9990$; $V_{xo} \leq 2,0\%$; dan kepekaan analisis ($\Delta y/\Delta x$) saling mendekati satu sama lain.

Untuk larutan standar timbal, persamaan garis kurva kalibrasi yaitu $y = 0,0155153 + 0,05167235x$, dengan koefisien korelasi (r) = 0,9999, memberikan nilai $V_{xo} = 0,30\%$ (data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.3). Hasil perhitungan faktor-faktor kelinearan garis menunjukkan bahwa persyaratan uji linearitas telah terpenuhi.

Untuk larutan standar kadmium, persamaan garis kurva kalibrasi yaitu $y = 0,003256 + 0,73313115x$, dengan koefisien korelasi (r) = 0,9999, memberikan nilai $V_{xo} = 0,09\%$. (data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.10). Hasil perhitungan faktor-faktor kelinearan garis menunjukkan bahwa persyaratan uji linearitas telah terpenuhi.

Dengan demikian, garis persamaan kurva kalibrasi yang dibuat untuk masing-masing standar logam, yaitu timbal dan kadmium, dapat dinyatakan linear dan memenuhi persyaratan.

4.3.2 Uji Sensitivitas (Batas Deteksi / LOD dan Batas Kuantitasi / LOQ)

Uji sensitivitas dilakukan dengan menghitung batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ). Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko, dan batas kuantitasi adalah kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) diperoleh dengan cara perhitungan statistik. Dari hasil perhitungan, untuk timbal diperoleh $LOD = 0,007$ ppm dan $LOQ = 0,026$ ppm. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa batas deteksi dan batas kuantitasi timbal lebih rendah dari konsentrasi terendah yang digunakan untuk kurva kalibrasi, yaitu 0,06 ppm. Dengan demikian, persyaratan uji sensitivitas terpenuhi karena pada setiap konsentrasi pengukuran, respon yang diberikan masih signifikan dan memberikan hasil yang tergolong cermat dan seksama. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Untuk kadmium, diperoleh $LOD = 0,002$ ppm dan $LOQ = 0,009$ ppm. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa batas deteksi dan batas kuantitasi kadmium lebih rendah dari konsentrasi terendah yang digunakan untuk kurva kalibrasi kadmium, yaitu 0,020 ppm. Dengan demikian, persyaratan uji sensitivitas terpenuhi karena pada setiap konsentrasi pengukuran, respon yang diberikan masih signifikan dan memberikan hasil yang tergolong cermat dan seksama. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.10.

4.3.3 Uji Presisi

Presisi atau ke-seksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Uji dilakukan pada tiga konsentrasi, yaitu rendah, sedang, dan tinggi.

Pada uji presisi timbal, diperoleh koefisien variasi antara 0,85% - 4,67%. Semakin rendah nilai konsentrasi maka koefisien variasi semakin besar tetapi

masih dalam batas syarat yaitu untuk kadar kadar satu per sejuta (ppm) RSDnya adalah 16%, dan pada kadar *part per bilion* (ppb) adalah 32% sehingga hasil pengukuran memiliki nilai presisi yang memenuhi syarat yaitu kurang dari 32% untuk kadar dalam ppb (*part per bilion*) (Jerome, 2006).

Dari hasil perhitungan, presisi timbal ikan asin tenggiri untuk konsentrasi 0,06; 0,10; dan 0,60 ppm berturut-turut memiliki koefisien variasi 4,59; 1,96; dan 1,18 %, sedangkan pada uji presisi timbal ikan teri kering pada konsentrasi 0,06; 0,10; dan 0,60 ppm berturut-turut diperoleh koefisien variasi 4,67; 1,40; dan 0,85 %.

Pada uji presisi kadmium, diperoleh koefisien variasi antara 2,08% - 6,49%. Semakin rendah nilai konsentrasi maka koefisien variasi semakin besar tetapi masih dalam batas syarat yaitu untuk kadar kadar satu per sejuta (ppm) RSDnya adalah 16%, dan pada kadar *part per bilion* (ppb) adalah 32% sehingga hasil pengukuran memiliki nilai presisi yang memenuhi syarat yaitu kurang dari 32% untuk kadar dalam ppb (*part per bilion*) (Jerome, 2006).

Dari hasil perhitungan, presisi kadmium ikan asin tenggiri untuk konsentrasi 0,02; 0,06; dan 0,10 ppm berturut-turut memiliki koefisien variasi 6,49; 2,08; dan 2,76 %, sedangkan pada uji presisi timbal ikan teri kering pada konsentrasi 0,02; 0,06; 0,10 ppm diperoleh koefisien variasi 5,92; 3,96; dan 2,82 %.

4.3.4 Akurasi

Kecermatan (akurasi) merupakan parameter yang menunjukkan kedekatan hasil penetapan yang diperoleh dengan hasil sebenarnya. Untuk uji akurasi, dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK), uji perolehan kembali (UPK) dilakukan dengan metode adisi pada sampel ikan asin tenggiri dan ikan teri kering yaitu dilakukan penambahan larutan standar. Larutan standar ditambahkan pada tiga konsentrasi, yaitu pada konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi.

Proses uji perolehan kembali metode adisi dilakukan dengan menambahkan sejumlah larutan standar ke dalam bejana destruksi berisi sampel dan asam nitrat pekat, lalu sampel didestruksi dengan *microwave digestion system* pada suhu 180°C selama 30 menit. Setelah destruksi selesai, larutan hasil destruksi didinginkan hingga mencapai suhu ruang lalu disaring dengan kertas saring Whatman no. 41 ke dalam labu ukur 10,0 mL. Cukupkan volume labu ukur dengan *aqua demineralisata* hingga batas 10,0 mL.

Larutan standar ditambahkan secara kuantitatif menggunakan pipet mikro sebelum dilakukan proses destruksi baru setelah itu volume labu ukur dicukupkan sampai 10,0 mL. Larutan hasil destruksi yang mengandung sampel yang ditambahkan standar ini kemudian diukur serapannya. Hasil serapan dimasukkan ke persamaan kurva kalibrasi sehingga diperoleh konsentrasi dalam satuan ppm.

Untuk menghitung uji perolehan kembali, konsentrasi sampel yang ditambahkan dengan larutan standar dikurangi dengan konsentrasi sampel blangko, dibagi dengan konsentrasi standar yang ditambahkan, lalu dikali 100 %. Apabila hasil uji perolehan kembali berkisar antara 90-110 %, maka metode yang digunakan dalam penelitian ini dapat dinyatakan baik karena dalam prosesnya tidak ada zat yang hilang sehingga hasil pengukuran akhir dapat memberikan hasil yang dekat dengan hasil yang sebenarnya. Nilai 90-110% merupakan syarat uji perolehan kembali sampel hayati.

Pada uji perolehan kembali timbal, larutan standar ditambahkan sehingga diperoleh konsentrasi 0,06; 0,10; dan 0,60 ppm. Pada konsentrasi kecil seperti 0,06 dan 0,10, terdapat perbedaan yang cukup jauh antara hasil UPK yang satu dengan yang lainnya (UPK dilakukan sebanyak enam kali ulangan). Perbedaan hasil ini tidak dapat dihindari sebab sedikit saja timbul perbedaan pada hasil pengukuran serapan, maka perbedaan konsentrasi langsung menjadi signifikan sehingga % UPK-nya memiliki jarak yang cukup jauh. Selain itu, konsentrasi larutan standar yang ditambahkan juga tergolong kecil sehingga UPK menjadi semakin sulit.

Sedangkan uji perolehan kembali kadmium, larutan standar ditambahkan sehingga diperoleh konsentrasi 0,02; 0,06; dan 0,10 ppm. Pada tiap-tiap konsentrasi, terdapat perbedaan yang cukup jauh antara hasil UPK yang satu dengan yang lainnya (UPK dilakukan sebanyak enam kali ulangan). Perbedaan hasil ini tidak dapat dihindari dikarenakan sedikit saja perbedaan pada hasil pengukuran serapan, akan terjadi perbedaan konsentrasi yang signifikan sehingga % UPK-nya memiliki jarak yang cukup jauh. Selain itu, konsentrasi larutan standar yang ditambahkan juga tergolong kecil sehingga UPK menjadi semakin sulit.

4.3.5 Penyiapan Sampel

Ikan teri kering dan ikan asin tenggiri dijemur selama 12 jam ditutupi kertas, kemudian ditimbang bobotnya dan dikeringkan selama 18 jam pada suhu kurang lebih 103°C sampai bobot konstan. Lalu hitung susut pengeringan dari hasil penimbangan bobot basah dan bobot kering yang diperoleh. Ikan teri kering susut pengeringannya adalah 1,94% dan ikan asin tenggiri susut pengeringannya 3,62%. Logam timbal dan kadmium bersifat tahan panas sehingga tidak ada logam yang hilang selama proses pengeringan.

Setelah bobot konstan sampel dihaluskan dengan lumpang dan alu dari batu sampai menjadi partikel kecil. Sampel lalu disimpan pada suhu ruang sampai saatnya dianalisa (Badan Standarisasi Nasional, 2006). Sampel ikan teri kering dan ikan asin tenggiri yang telah kering dapat dilihat pada Gambar 4.3.

Cara destruksi sampel menggunakan metode cara destruksi basah dengan menggunakan asam HNO_3 pekat (65%) dan menggunakan bantuan alat *microwave digestion system*. Tujuan destruksi adalah menghancurkan matrik sampel yang berupa materi organik dan mengubah sampel dari bentuk serbuk menjadi larutan. Hasil destruksi dapat dilihat pada Gambar 4.4.

4.3.6 Penentuan Kadar Timbal dan Kadmium dalam Sampel

Penentuan kadar timbal dan kadmium dalam sampel dilakukan menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan *hollow cathode lamp* yang sesuai dengan jenis logam yang dianalisis yaitu timbal dan kadmium. Hasil destruksi sampel ikan teri kering dan ikan asin tenggiri diukur serapannya masing-masing pada panjang gelombang 283,3 nm untuk mengukur timbal dan 228,8 nm untuk mengukur kadmium.

Serapan hasil pengukuran diperoleh kadar logam dalam satuan ppm lalu dibuat kurva kalibrasi. Kadar yang diperoleh ini kemudian dikonversi ke dalam satuan $\mu\text{g/g}$ sehingga diperoleh kadar logam dalam sampel (bobot kering). Dengan perhitungan susut pengeringan maka dapat diperoleh kadar logam dalam sampel bobot basah sehingga dapat dibandingkan hasilnya dengan kadar batas cemaran yang diijinkan.

4.3.6.1 Timbal

Pada ikan teri kering diperoleh konsentrasi timbal sebesar 0,1464; 0,1466; 0,1463 ppm. Setelah dikonversi, diperoleh hasil perhitungan kadar timbal pada bobot kering yaitu 0,7292; 0,7294; 0,7300 $\mu\text{g/g}$, atau 0,7151; 0,7153; 0,7158 $\mu\text{g/g}$ pada bobot basah.

Pada ikan asin tenggiri diperoleh konsentrasi timbal sebesar 0,1965; 0,1960; 0,1977 ppm. Setelah dikonversi maka diperoleh hasil perhitungan kadar timbal pada bobot kering yaitu 0,9766; 0,9798; 0,9874 $\mu\text{g/g}$ sedangkan kadar timbal pada bobot basah yaitu 0,9412; 0,9443; 0,9516 $\mu\text{g/g}$. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.8.

Batas cemaran timbal yang diijinkan pada ikan dan hasil olahan oleh Badan Standarisasi Nasional adalah 0,3 $\mu\text{g/g}$. Berdasarkan peraturan Standarisasi Nasional Indonesia maka kadar timbal pada ikan teri kering dan ikan asin tenggiri melebihi batas aman konsumsi.

4.3.6.2 Kadmium

Pada ikan teri kering diperoleh konsentrasi kadmium sebesar 0,0217; 0,0230; 0,0241 ppm. Setelah dikonversi, diperoleh hasil perhitungan kadar kadmium yaitu 0,1081; 0,1144; 0,1203 $\mu\text{g/g}$ untuk bobot kering, atau 0,1060; 0,1122; 0,1179 $\mu\text{g/g}$ untuk bobot basah.

Pada ikan asin tenggiri diperoleh konsentrasi kadmium sebesar 0,0082; 0,0090; 0,0088 ppm. Setelah dikonversi maka diperoleh hasil perhitungan kadar kadmium pada bobot kering yaitu 0,0408; 0,0450; 0,0439 $\mu\text{g/g}$ sedangkan kadar kadmium pada bobot basah yaitu 0,0394; 0,0434; 0,0424 $\mu\text{g/g}$. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.13.

Batas cemaran kadmium yang diijinkan pada ikan dan hasil olahannya oleh Badan Standarisasi Nasional adalah 0,1 $\mu\text{g/g}$. Berdasarkan peraturan Standarisasi Nasional Indonesia maka kadar kadmium pada ikan teri kering sedikit melewati batas dan ikan asin tenggiri masih tergolong aman untuk dikonsumsi.

4.4 Pembahasan

Diketahui bahwa logam berat seperti Pb dan Cd tidak memiliki fungsi biologis pada sistem tubuh manusia (Dobaradan, 2010). Tetapi pada hasil data yang diperoleh pada kedua sampel, menunjukkan konsentrasi Pb yang cukup besar melewati batas kadar konsumsi.

Kadar logam Pb pada ikan asin tenggiri lebih tinggi dari pada ikan teri kering tetapi kadar logam Cd pada ikan teri kering lebih tinggi dari pada ikan asin tenggiri, hal ini dapat disebabkan adanya cemaran pada daerah habitat ikan teri kering tersebut di Muara Angke (Dreisbach, 1994; Mihardja, 2001).

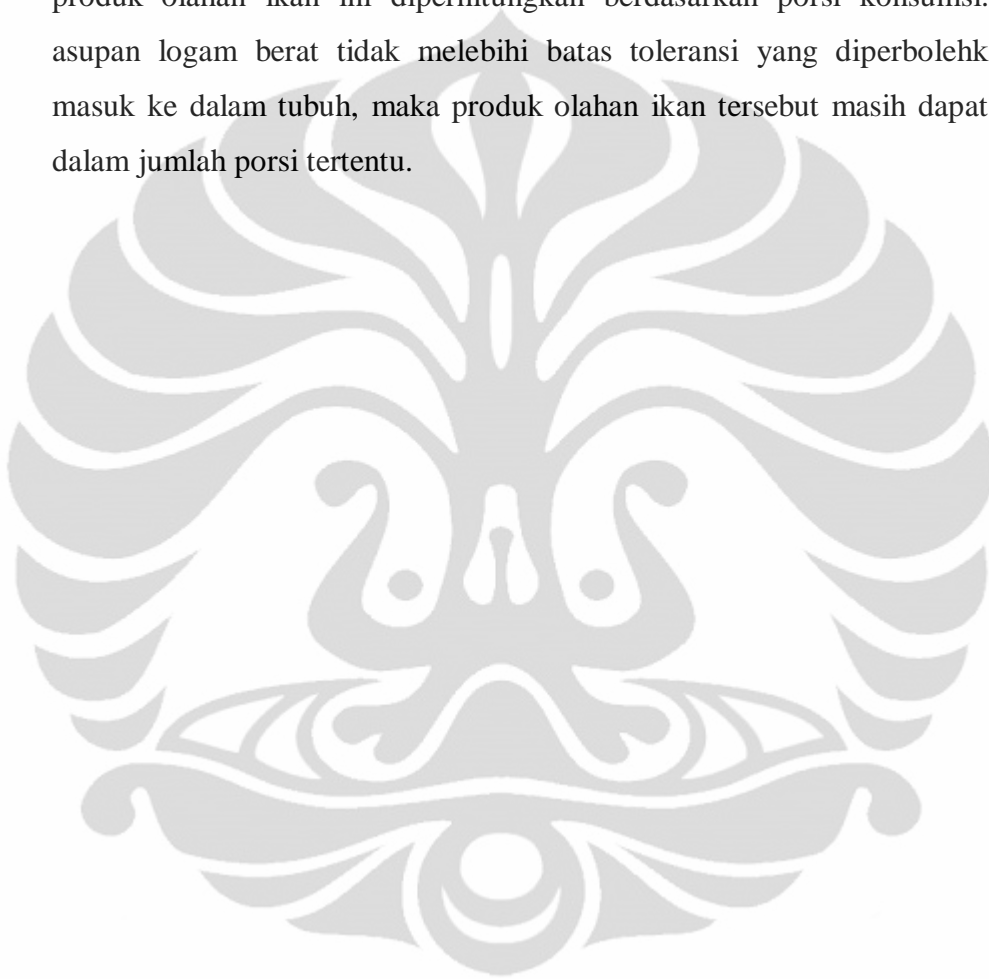
Kadar logam berat ikan asin tenggiri seharusnya lebih tinggi dari pada kadar logam berat ikan teri kering. Ikan tenggiri merupakan jenis ikan yang berada pada tingkat rantai makanan diatas ikan teri sehingga kadar logam berat ikan tenggiri seharusnya terakumulasi lebih banyak. Berdasarkan persyaratan SNI, dari hasil percobaan analisis logam berat timbal dan kadmium ikan asin tenggiri dan ikan teri kering yang berasal dari tempat pengasinan ikan di Muara Angke tidak aman untuk dikonsumsi.

Menurut WHO, PTWI (*provisional tolerable weekly intake*) timbal adalah 25 $\mu\text{g}/\text{kg}$ berat badan, sedangkan kadmium 7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ berat badan. Apabila berat badan 60 kg, kadar timbal dapat ditoleransi oleh manusia sebanyak 1500 $\mu\text{g}/\text{minggu}$, sedangkan kadmium dapat ditoleransi sebanyak 420 $\mu\text{g}/\text{minggu}$.

Bila dikonversi dari hasil penelitian, kadar timbal dalam ikan teri kering dan ikan asin tenggiri berturut-turut 0,7151 $\mu\text{g}/\text{g}$ bobot basah dan 0,9412 $\mu\text{g}/\text{g}$ bobot basah. Maka manusia boleh memakan ikan teri kering kurang lebih sebanyak 2098 gram/minggu dan ikan asin tenggiri kurang lebih sebanyak 1594 gram/minggu. Sedangkan, kadar kadmium dalam ikan teri kering dan ikan asin tenggiri berturut-turut 0,1060 $\mu\text{g}/\text{g}$ bobot basah dan 0,0394 $\mu\text{g}/\text{g}$ bobot basah. Maka manusia dapat memakan ikan teri kering kurang lebih sebanyak 3962 gram/minggu dan ikan asin tenggiri kurang lebih sebanyak 10660 gram/minggu. Sedangkan rata-rata manusia memakan ikan asin ataupun ikan teri dalam sehari kurang lebih sebanyak 100 gram atau 700 gram perminggu.

Sehingga, walaupun kadar kadmium dan timbal pada ikan asin tenggiri dan ikan teri kering yang berasal dari tempat pengasinan ikan di Muara Angke

melewati batas yang ditetapkan SNI. Tetapi apabila diterapkan larangan mengkonsumsi produk olahan ikan ini juga bukan merupakan suatu kebijakan yang baik karena ikan asin tenggiri dan ikan teri kering merupakan makanan yang banyak dikonsumsi masyarakat menengah kebawah terutama karena harganya yang cukup murah. Oleh karena itu, akan lebih baik apabila jumlah konsumsi produk olahan ikan ini diperhitungkan berdasarkan porsi konsumsi. Apabila asupan logam berat tidak melebihi batas toleransi yang diperbolehkan untuk masuk ke dalam tubuh, maka produk olahan ikan tersebut masih dapat dimakan dalam jumlah porsi tertentu.



BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

- a. Ditemukan cemaran timbal dan kadmium dalam sampel yang dianalisis, yaitu ikan teri kering dan ikan asin tenggiri yang diperoleh dari tempat pengasinan di Muara Angke.
- b. Kandungan cemaran timbal pada ikan asin tenggiri lebih besar dari pada ikan teri kering. Kadar timbal pada ikan asin tenggiri adalah 0,9412; 0,9443; 0,9516 $\mu\text{g/g}$ bobot basah, sedangkan pada ikan teri kering adalah 0,7151; 0,7153; 0,7158 $\mu\text{g/g}$ bobot basah. Kadar cemaran kadmium pada ikan asin tenggiri adalah 0,0394; 0,0434; 0,0424 $\mu\text{g/g}$ bobot basah, sedangkan pada ikan teri kering adalah 0,1060; 0,1122; 0,1179 $\mu\text{g/g}$ bobot basah.
- c. Berdasarkan peraturan yang ditentukan oleh Badan Standarisasi Nasional 2009, kadar timbal pada kedua sampel telah melewati batas aman yang ditentukan. Kadar kadmium ikan teri kering juga melampaui batas yang ditentukan, sedangkan kadar kadmium ikan asin tenggiri masih di bawah batas yang ditentukan.

5.2 Saran

- a. Perlu dilakukannya penelitian lebih lanjut mengenai sumber logam berat timbal dan kadmium tersebut.
- b. Perlu dilakukannya penelitian lebih lanjut terhadap kandungan timbal dan kadmium pada berbagai macam produk olahan ikan.
- c. Perlu dilakukan pengawasan yang lebih ketat terhadap produk makanan yang beredar di masyarakat.
- d. Perlu dilakukan penyuluhan kepada masyarakat mengenai bahaya logam berat timbal dan kadmium terhadap kesehatan serta berbagai jenis makanan yang berpotensi mengandung logam berat.

DAFTAR ACUAN

- Agarwal, S. K. (2009). *Heavy Metal Pollution*. Delhi: S.B. Nangia.
- Anonim. (1996). *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy*. United State of America : The Perkin-Elmer Corporation.
- Anonim. (2007). *Poisoning and Drug Overdose*. United State of America: The McGraw-Hill, Inc.
- AOAC. (1998). *Peer-verified methods program : Manual on policies and procedures*. 22 Maret 2010. <http://aoac.org/vmeth/PVM.pdf>
- Badan Standarisasi Nasional. (2000). SNI 01-4435-2000. Garam Bahan Baku Untuk Industri Garam Beryodium. Jakarta : BSN.
- Badan Standarisasi Nasional. (2002) . SNI 01-6928.2-2002. Ikan tenggiri (*Scomberomerus sp*) segar – Bagian 2: persyaratan Bahan Baku. Jakarta: BSN.
- Badan Standardisasi Nasional. (2006). SNI-01-2354.5-2006. *Cara uji kimia-bagian 5 : Penentuan kadar logam berat kadmium (Cd) pada produk perikanan*. Jakarta : BSN.
- Badan Standardisasi Nasional. (2006). SNI-01-2354.7-2006. *Cara uji kimia-bagian 7 : Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) pada produk perikanan*. Jakarta : BSN.
- Badan Standarisasi Nasional. (2006). SNI 01-2729.2-2006. Ikan Segar – Bagian 2: Persyaratan bahan Baku. Jakarta : BSN.
- Badan Standarisasi Nasional. (2009) . SNI 6989.8:2009. Air dan air limbah – Bagian 8:Cara uji timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala. Jakarta: BSN.
- Badan Standarisasi Nasional. (2009). SNI 2721.1:2009. Ikan Segar – Bagian 2: Persyaratan bahan Baku. Jakarta : BSN.
- Badan Standarisasi Nasional. (2009c). SNI 7387:2009. Batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan. Jakarta : BSN.
- Badan Standardisasi Nasional. (2010). SNI 3556:2010. *Garam Konsumsi Beryodium*. Jakarta : BSN.
- Brands, S.J. (1989). *The Taxonomicon. Universal Taxonomic Services, Zwaag, The Netherlands*. [<http://taxonomicon.taxonomy.nl/>].
- Dinis, M. dan Antonio, F. (2011). *Explosure Assessment to Heavy Metals In the Environment: Measures To Eliminate or Reduce the Exposure To Critical Receptors*.

- Dobaradaran, et. al. (2010). *Heavy metal (Cd, Cu, Ni and Pb) content in two species of Persian Gulf in Bushehr Port, Iran.*
- Dreisbach, R. H. Dan Robertson, W. O. (1994). *Handbook of Poisoning: Prevention, Diagnosis and Treatment.* United State of America: Prentice-Hall International, Inc.
- Duffus, John H., (2002). “*Heavy Metals*” – *A Meaningless Term?* (IUPAC Technical Report). Scotland: IUPAC
- Ebdon, L., dkk., (1998). *An Introduction to Analytical Atomic Spectrometry.* England: John Wiley & Sons Ltd.
- Esti, Agus Sediadi., (2000). *Ikan Asin Cara Penggaraman Basah.* Jakarta: Kantor Deputi Menegristek Bidang Pendayagunaan dan Pemasyarakatan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi.
- Genisa, Abdul Samad. (1999). *Pengenalan Jenis-Jenis Ikan Laut Ekonomi Penting di Indonesia.* Jakarta: Puslitbang Oseanologi-LIPI.
- Harmita. (2006). *Buku ajar analisis fisikokimia.* Depok : Departemen Farmasi FMIPA UI.
- Harvey, David. (2000). *Modern Analytical Chemistry.* New York: McGraw-Hill.
- Hutagalung, H. P. Dan Hamidah. 1981. *Kandungan Logam Berat dalam beberapa Perairan Laut Indonesia. Kondisi Lingkungan Pesisir dan Laut di Indonesia.* LON-LIPI. Jakarta
- Hutagalung, H.P. dan H. Razak. 1982. *Pengamatan Pendahuluan Kandungan Pb dan Cd dalam Air dan Beberapa jenis Hasil Laut di Muara Angke, Teluk Jakarta.* Oseanol: Indonesia 15: 1 – 10.
- Hutagalung, H.P. 1987. *Mercury Content in the water and marine organismes in Angke Estuary, Jakarta Bay, Indonesia.* Bull. Environ. Contam. Toxicol. 39 (3): 406 – 411.
- Hutomo, M., Burhanuddin dkk. 1987. *Sumber Daya Ikan Teri di Indonesia.* Jakarta: Puslitbang Oseanologi-LIPI.
- ICH. (1996). *International conference on harmonization (ICH) of technical requirements for the registration of pharmaceuticals for human use : Validation of analytical procedures.* Geneva : ICH.
- Indrakusuma, Amalia. (2008). *Kandungan Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Otot dan Insang Kerang Darah (Anadara granosa) di Pantai Ria Kenjeran Surabaya.*
- JECFA. (2010). *Joint FAO/WHO Expert Committee On Food Additives:Seventh-third meeting.*

- Jerome Workman, Jr., Mark, Howard. (2006). *Limitations in Analytical Accuracy, Part I: Horwitz's Trumpet*. Spectroscopy Vol 21, Issue 9.
- Lestari dan Edward. (2004). *Dampak Pencemaran Logam Berat Terhadap Kualitas Air Laut dan Sumberdaya Perikanan (Studi Kasus Kematian Massal Ikan-Ikan di Teluk Jakarta)*. Makara Sains Vol. 8, No. 2. 2004: 52 – 58.
- Mihardja, D. K., dan Pranowo, W. S. (2001). *Kondisi perairan kepulauan seribu*. Bandung : Institut Teknologi Bandung-Pusat Penelitian Kelautan-Pusat Penelitian Kepariwisata.
- Misra, S. G. dan Mani, Dinesh. (2009). *Soil Pollution*. New Delhi: S.B. Nangia APH Publishing Corporation.
- Mitra, Somenath. (2003). *Sample Preparation Techniques in Analytical Chemistry*. Canada: John Wiley & Sons, Inc.
- Namik K. Aras, O. dan Ataman, Yavuz. (2006). Trace Element analysis of food and diet. The Royal Society of Chemistry: Cambridge. Hal 66-67.
- Nielsen, S. Suzanne. (2010). *Food Analysis fourth edition*. Springer: London. Hal: 110 -111.
- Patnaik, Pradyot. (2004). *Dean's Analytical Chemistry Handbook second Edition*. New York: McGraw-Hill. Hal: 1.30
- Pauly, D dan Martosubroto, P. (1996). *Baseline Studies of Biodiversity - The Fish Resources of Western Indonesia*. Manila: International Center for Living Aquatic Resources Management.
- Scott, J. S. and Smith, P. G. (1981). *Dictionary of Waste and Water Treatment*. London: Butterworths
- Shimadzu. (2007). *Instruction manual : Shimadzu atomic absorption spectrophotometer AA-6300*. Kyoto : Shimadzu.
- Sudarmaji, Mukono, J., dan Corie, I. P. (2006). *Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya terhadap Kesehatan*.
- Sanusi, H.S. 1983. Bioakumulasi dan Bioeliminasi Logam Berat Pada Ikan Bandeng (*Chanos chanos* Forks). Fakultas Perikanan. Institut Pertanian Bogor. Bogor
- Settle, Fran A.. (1997). *Handbook of Instrumental Techniques For Analytical Chemistry*. Prentice-Hall: New Jersey. Hal: 374
- Skoog, Douglas A., dkk. (2004). *Fundamental of Analytical Chemistry Eight Edition*. Thomson Learning, Inc: Brooks/Cole.
- Tarigan, Z. (1990). Prinsip dasar metoda analisa anatomic absorpsion spectrophotometer *Majalah Semi Populer*, Vol. 14. Ambon : Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia, 63-64.

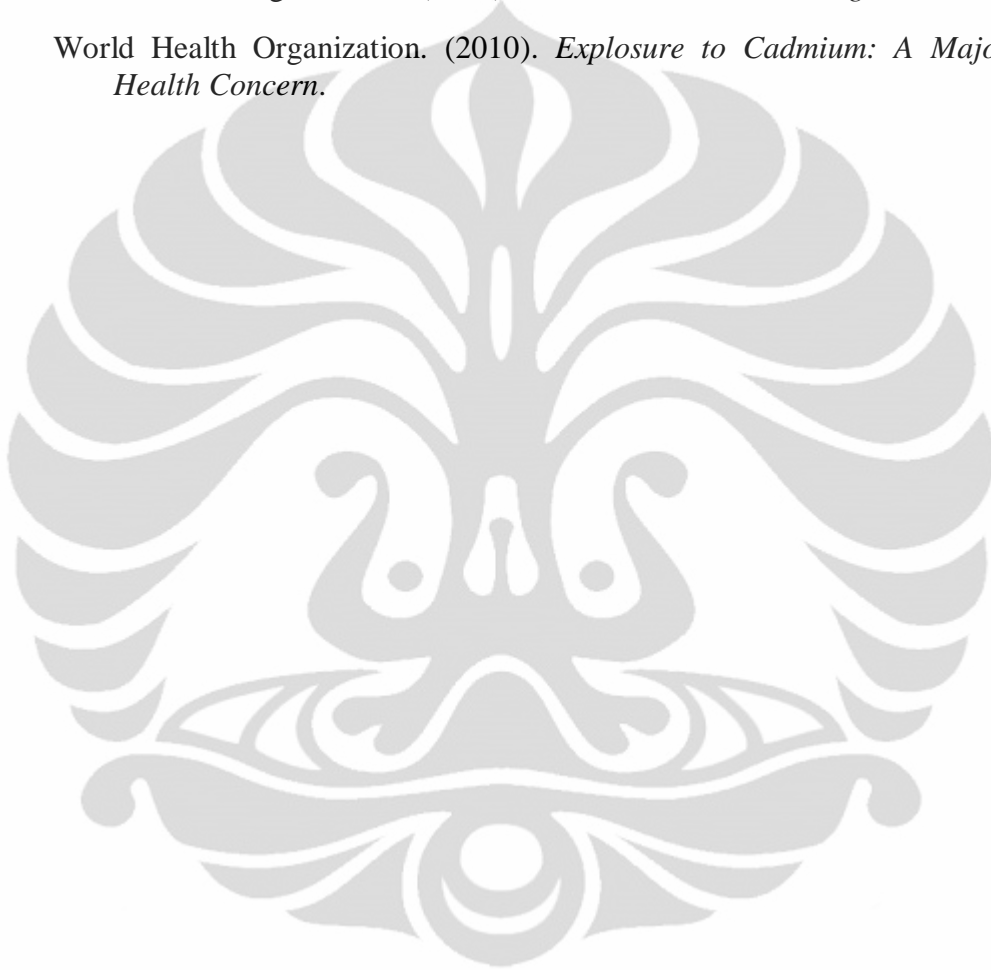
Vandecasteele C. dan C. B. Block. (1993). *Modern Methods for Trace Element Determination*. Inggris: John Wiley & Sons Inc. 94, 127-128.

World Health Organization. (1999). *Exposure of children to chemical hazards in food*.

http://www.euro.who.int/__data/assets/pdf_file/0004/97042/enhis_factsheet09_4_4.pdf

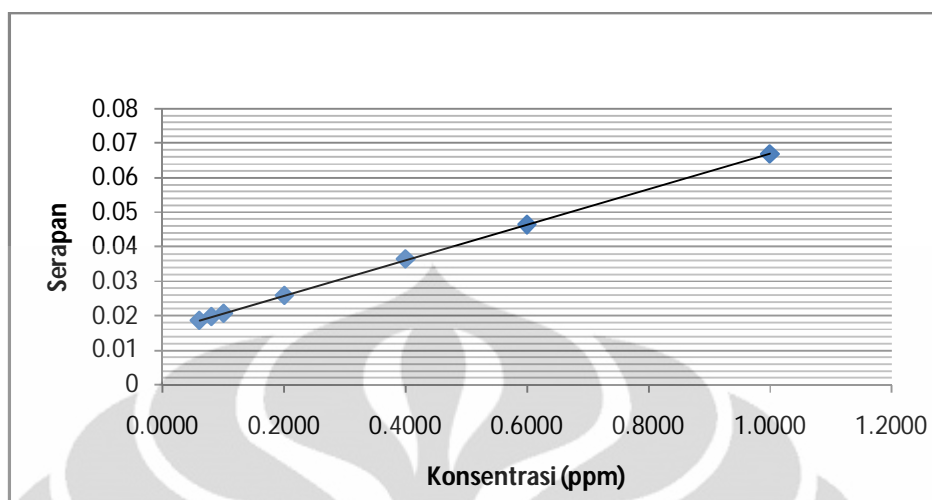
World Health Organization. (2010). *Childhood Lead Poisoning*.

World Health Organization. (2010). *Exposure to Cadmium: A Major Public Health Concern*.



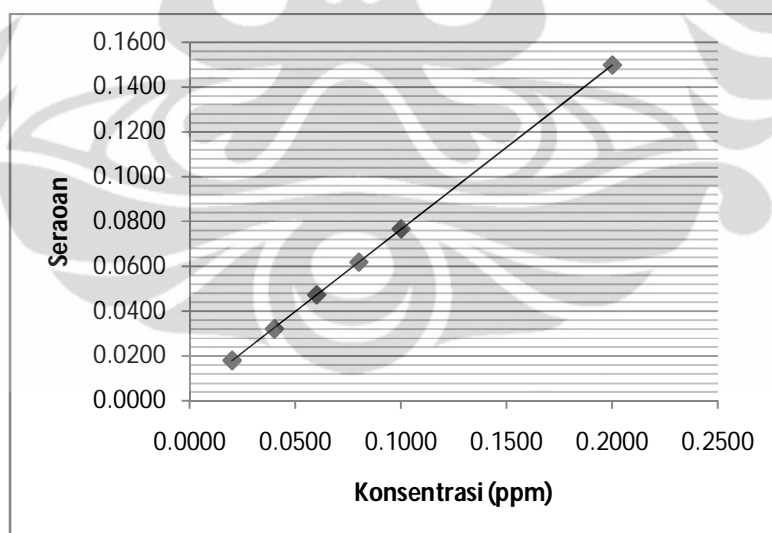


GAMBAR



Keterangan : Persamaan kurva kalibrasi: $y = 0,0155 + 0,0516x$,
dengan koefisien kolerasi (r) adalah 0,9999.

Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Timbal



Keterangan : Persamaan kurva kalibrasi: $y = 0,0032 + 0,7331x$,
dengan koefisien kolerasi (r) adalah 0,9999.

Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Kadmium



Gambar 4.3 Spektrofotometer serapan atom (SSA)



Keterangan :

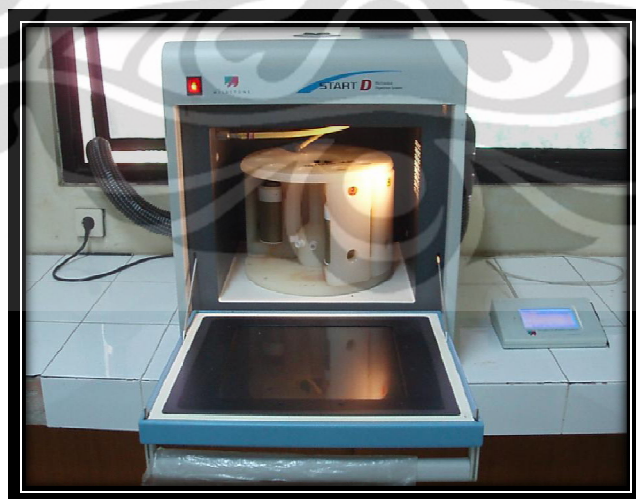
- | | |
|-------------------------|---------------------------|
| 1. <i>burner head</i> | 5. <i>drain sensor</i> |
| 2. <i>nebulizer</i> | 6. Saluran masuk sampel |
| 3. <i>spray chamber</i> | 7. Saluran tempat buangan |
| 4. <i>drain tank</i> | 8. <i>Flame monitor</i> |

Gambar 4.4 Unit-unit spektrofotometer serapan atom

Universitas Indonesia



Gambar 4.5 Gas asetilen



Gambar 4.6 *Mikrowave digestion system*



Gambar 4.7 Ikan Teri Kering



Gambar 4.8 Ikan asin tenggiri



Gambar 4.9 Serbuk sampel ikan teri kering

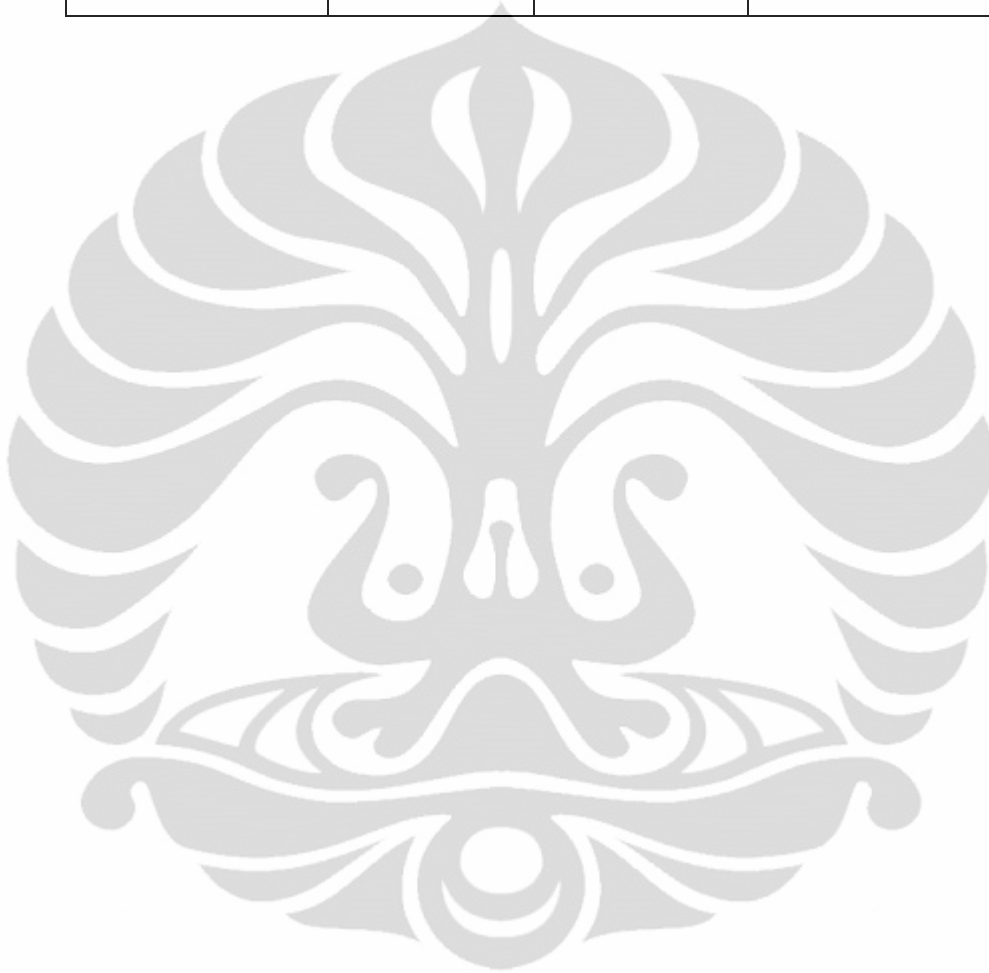


Gambar 4.10 Serbuk sampel ikan asin tenggiri



Tabel 4.1 Hasil perhitungan susut pengeringan

Sampel	Bobot basah (g)	Bobot kering (g)	Susut Pengeringan (%)
Ikan teri kering	35.5195	34.8311	1.94
Ikan asin tenggiri	39.1213	37.7036	3.62



Tabel 4.2 Kurva kalibrasi timbal

Konsentrasi (ppm)	Serapan
1,0000	0,0669
0,6000	0,0464
0,4000	0,0364
0,2000	0,0258
0,1000	0,0206
0,0800	0,0197
0,0600	0,0186

Persamaan garis kurva kalibrasi : $y = 0,0155 + 0,0513x$, dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999.

Tabel 4.3 Hasil uji linearitas, perhitungan batas deteksi (LOD), dan batas kuantitasi (LOQ) timbal

Konsentrasi (ppm)	Serapan	y_i	$(y_i - \bar{y})^2$
1.0000	0.0669	0.0670	0.00000000514
0.6000	0.0464	0.0464	0.00000000025
0.4000	0.0364	0.0361	0.000000006866
0.2000	0.0258	0.0259	0.00000000360
0.1000	0.0206	0.0207	0.00000001466
0.0800	0.0197	0.0197	0.00000000004
0.0600	0.0186	0.0187	0.00000000429

Keterangan :

$$\Sigma (y_i - \bar{y})^2 = 0,000000096$$

$$S(y/x) = 0,000155$$

$$V_{x0} = 0,30\%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,0090 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 0,0302 \text{ ppm}$$

Tabel 4.4 Hasil uji presisi timbal dengan sampel ikan teri kering

Konsentrasi Standar (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi rata-rata (ppm)	Simpangan Baku (SD) (ppm)	Koefisien Variasi (KV) (%)
0,06	0,0262	0,2075	0,0581	0,0027	4,67
	0,0260	0,2034			
	0,0262	0,2070			
	0,0259	0,2018			
	0,0262	0,2062			
	0,0259	0,2013			
0,10	0,0283	0,2469	0,1007	0,0014	1,40
	0,0283	0,2466			
	0,0284	0,2487			
	0,0282	0,2446			
	0,0283	0,2476			
	0,0283	0,2479			
0,60	0,0545	0,7544	0,6041	0,0051	0,85
	0,0545	0,7541			
	0,0545	0,7553			
	0,0539	0,7419			
	0,0542	0,7495			
	0,0542	0,7480			

Tabel 4.5 Hasil uji presisi timbal dengan sampel ikan asin tinggiri

Konsentrasi Standar (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi rata-rata (ppm)	Simpangan Baku (SD) (ppm)	Koefisien Variasi (KV) (%)
0,06	0,0287	0,2548	0,0564	0,0026	4,59
	0,0287	0,2554			
	0,0285	0,2505			
	0,0284	0,2503			
	0,0285	0,2508			
0,10	0,0287	0,2555	0,0985	0,0019	1,96
	0,0309	0,2970			
	0,0309	0,2974			
	0,0307	0,2947			
	0,0306	0,2927			
	0,0308	0,2953			
0,60	0,0307	0,2931	0,5973	0,0071	1,18
	0,0567	0,7979			
	0,0566	0,7955			
	0,0571	0,8039			
	0,0561	0,7854			
	0,0561	0,7863			
	0,0565	0,7936			

Tabel 4.6 Hasil uji perolehan kembali timbal pada ikan teri kering

Konsentrasi(ppm)	Serapan	C1(ppm)	C2(ppm)	S(ppm)	UPK(%)
0,0600	0,0186	-	-	0,0602	101,44
	0,0262	-	0,2075	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0186	-	-	0,0602	94,71
	0,0260	-	0,2034	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0186	-	-	0,0602	100,65
	0,0262	-	0,2070	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0186	-	-	0,0602	92,09
	0,0259	-	0,2018	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0166	-	-	0,0602	99,27
	0,0262	-	0,2062	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0186	-	-	0,0602	91,20
0,0259	-	0,2013	-		
0,0228	0,1464	-	-		
0,1000	0,0206	-	-	0,1003	100,15
	0,0283	-	0,2469	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0206	-	-	0,1003	99,94
	0,0283	-	0,2466	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0206	-	-	0,1003	101,99
	0,0284	-	0,2487	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0206	-	-	0,1003	97,94
	0,0282	-	0,2446	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0206	-	-	0,1003	100,93
	0,0283	-	0,2476	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0206	-	-	0,1003	101,24
0,0283	-	0,2479	-		
0,0228	0,1464	-	-		
0,6000	0,0464	-	-	0,6012	101,14
	0,0545	-	0,7544	-	

Universitas Indonesia

	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	101,09
	0,0545	-	0,7541	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	101,28
	0,0545	-	0,7553	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	99,05
	0,0539	-	0,7419	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	100,31
	0,0542	-	0,7495	-	
	0,0228	0,1464	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	100,06
	0,0542	-	0,7480	-	
	0,0228	0,1464	-	-	

Keterangan :

C1 = kadar sampel yang tidak ditambah standar

C2 = kadar sampel yang ditambah standar

S = kadar standar yang ditambahkan

Tabel 4.7 Hasil uji perolehan kembali timbal pada ikan asin tenggiri

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppm)	C2 (ppm)	S (ppm)	UPK (%)	
0,0600	0,0186	-	-	0,0602	96,88	
	0,0287	-	0,2548	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0186	-	-	0,0602	97,87	
	0,0287	-	0,2554	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0186	-	-	0,0602	89,69	
	0,0285	-	0,2505	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0186	-	-	0,0602	89,40	
	0,0284	-	0,2503	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0186	-	-	0,0602	90,20	
	0,0285	-	0,2508	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0186	-	-	0,0602	98,00	
0,0287	-	0,2555	-			
0,0254	0,1965	-	-			
0,0206	-	-	0,1003			
0,1000	0,0309	-	0,2970	-	100,15	
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0206	-	-	0,1003		100,58
	0,0309	-	0,2974	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0206	-	-	0,1003	97,95	
	0,0307	-	0,2947	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0206	-	-	0,1003	95,94	
	0,0306	-	0,2927	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0206	-	-	0,1003	98,49	
	0,0308	-	0,2953	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,0206	-	-	0,1003	96,32	
	0,0307	-	0,2931	-		
	0,0254	0,1965	-	-		
	0,6000	0,0464	-	-	0,6012	100,04
		0,0567	-	0,7979	-	

Universitas Indonesia

	0,0254	0,1965	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	99,64
	0,0566	-	0,7955	-	
	0,0254	0,1965	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	101,03
	0,0571	-	0,8039	-	
	0,0254	0,1965	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	97,95
	0,0561	-	0,7854	-	
	0,0254	0,1965	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	98,10
	0,0561	-	0,7863	-	
	0,0254	0,1965	-	-	
	0,0464	-	-	0,6012	99,31
	0,0565	-	0,7936	-	
	0,0254	0,1965	-	-	

Keterangan :

C1 = kadar sampel yang tidak ditambah standar

C2 = kadar sampel yang ditambah standar

S = kadar standar yang ditambahkan

Tabel 4.8 Hasil penetapan kadar timbal pada ikan teri kering dan ikan asin tenggiri

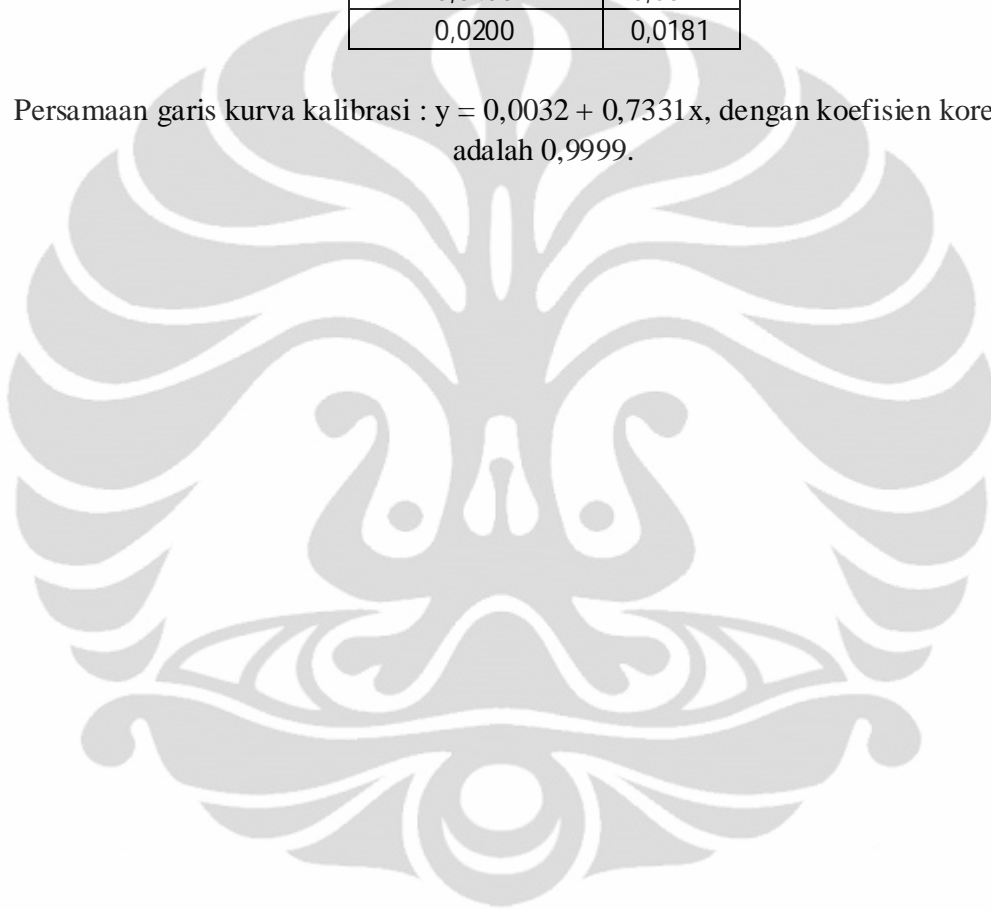
Berat sampel Ikan teri kering (g)	Kadar (ppm)	Serapan	Kadar ($\mu\text{g/g}$ bobot kering)	Kadar ($\mu\text{g/g}$ bobot basah)
2,0076	0,1464	0,0231	0,7292	0,7151
2,0098	0,1466	0,0231	0,7294	0,7153
2,0041	0,1463	0,0231	0,7300	0,7158
Berat sampel Ikan asin tenggiri (g)	Kadar (ppm)	Serapan	Kadar ($\mu\text{g/g}$ bobot kering)	Kadar ($\mu\text{g/g}$ bobot basah)
2,0121	0,1965	0,0257	0,9766	0,9412
2,0004	0,1960	0,0256	0,9798	0,9443
2,0023	0,1977	0,0257	0,9874	0,9516



Tabel 4.9 Kurva kalibrasi kadmium

Konsentrasi (ppm)	Serapan
0,2000	0,1498
0,1000	0,0768
0,0800	0,0619
0,0600	0,0474
0,0400	0,0321
0,0200	0,0181

Persamaan garis kurva kalibrasi : $y = 0,0032 + 0,7331x$, dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999.



Tabel 4.10 Hasil uji linearitas, perhitungan batas deteksi (LOD),
dan batas kuantitasi (LOQ) kadmium

Konsentrasi (ppm)	Serapan	y_i	$(y-y_i)^2$
0,2000	0,1498	0,1499	0,000000006718
0,1000	0,0768	0,0766	0,000000053429
0,0800	0,0619	0,0619	0,000000000038
0,0600	0,0474	0,0472	0,000000024458
0,0400	0,0321	0,0326	0,000000231345
0,0200	0,0181	0,0179	0,000000032992

Keterangan :

$$\Sigma (y_i - y)^2 = 0,00000034898$$

$$S(y/x) = 0,00068$$

$$V_{x0} = 0,09\%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,0028 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 0,0094 \text{ ppm}$$

Tabel 4.11 Hasil uji presisi kadmium dengan sampel ikan teri kering

Konsentrasi Standar (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi rata-rata (ppm)	Simpangan Baku (SD) (ppm)	Koefisien Variasi (KV) (%)
0,02	0,0338	0,0413	0,01931667	0,0011	5,92
	0,0346	0,0424			
	0,0327	0,0397			
	0,0328	0,0399			
	0,0333	0,0406			
	0,0344	0,0422			
0,06	0,0608	0,0784	0,05813333	0,0023	3,96
	0,0616	0,0796			
	0,0633	0,0818			
	0,0598	0,0771			
	0,0643	0,0833			
	0,0611	0,0788			
0,10	0,0940	0,1241	0,09893333	0,0028	2,82
	0,0918	0,1210			
	0,0914	0,1205			
	0,0888	0,1170			
	0,0896	0,1180			
	0,0933	0,1232			

Tabel 4.12 Hasil uji presisi kadmium dengan sampel ikan asin tenggiri

Konsentrasi Standar (ppm)	Serapan	Konsentrasi Pengukuran (ppm)	Konsentrasi rata-rata (ppm)	Simpangan Baku (SD) (ppm)	Koefisien Variasi(KV) (%)
0,02	0,0246	0,0287	0,0194	0,0013	6,49
	0,0246	0,0287			
	0,0242	0,0281			
	0,0240	0,0278			
	0,0228	0,0262			
	0,0225	0,0258			
0,06	0,0530	0,0678	0,0598	0,0012	2,08
	0,0530	0,0677			
	0,0548	0,0702			
	0,0523	0,0667			
	0,0536	0,0685			
	0,0526	0,0671			
0,10	0,0821	0,1077	0,0967	0,0027	2,76
	0,0820	0,1076			
	0,0805	0,1055			
	0,0770	0,1007			
	0,0791	0,1035			
	0,0795	0,1042			

Tabel 4.13 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada ikan teri kering

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppm)	C2 (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,0200	0,0181	-	-	0,0201	97,71
	0,0338	-	0,0413	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	102,89
	0,0346	-	0,0424	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	89,75
	0,0327	-	0,0397	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	90,78
	0,0328	-	0,0399	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	93,83
	0,0333	-	0,0406	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
0,0181	-	-	0,0201	101,79	
0,0344	-	0,0422	-		
0,0180	0,0217	-	-		
0,0600	0,0474	-	-	0,0587	96,59
	0,0608	-	0,0784	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	98,56
	0,0616	-	0,0796	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	102,45
	0,0633	-	0,0818	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	94,39
	0,0598	-	0,0771	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	104,91
	0,0643	-	0,0833	-	
	0,0180	0,0217	-	-	
0,0474	-	-	0,0587	97,35	
0,0611	-	0,0788	-		
0,0180	0,0217	-	-		
0,1000	0,0768	-	-	0,0976	104,92
	0,0940	-	0,1241	-	

Universitas Indonesia

0,0180	0,0217	-	-	
0,0768	-	-	0,0976	101,78
0,0918	-	0,1210	-	
0,0180	0,0217	-	-	
0,0768	-	-	0,0976	101,23
0,0914	-	0,1205	-	
0,0180	0,0217	-	-	
0,0768	-	-	0,0976	97,64
0,0888	-	0,1170	-	
0,0180	0,0217	-	-	
0,0768	-	-	0,0976	98,71
0,0896	-	0,1180	-	
0,0180	0,0217	-	-	
0,0768	-	-	0,0976	103,94
0,0933	-	0,1232	-	
0,0180	0,0217	-	-	

Keterangan :

C1 = kadar sampel yang tidak ditambah standar

C2 = kadar sampel yang ditambah standar

S = kadar standar yang ditambahkan

Tabel 4.14 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada ikan asin tenggiri

Konsentrasi (ppm)	Serapan	C1 (ppm)	C2 (ppm)	S (ppm)	UPK (%)
0,0200	0,0181	-	-	0,0201	101,83
	0,0246	-	0,0287	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	101,90
	0,0246	-	0,0287	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	98,91
	0,0242	-	0,0281	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	97,75
	0,0240	-	0,0278	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	89,55
	0,0228	-	0,0262	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0181	-	-	0,0201	87,56
0,0225	-	0,0258	-		
0,0076	0,0082	-	-		
0,0600	0,0474	-	-	0,0587	101,46
	0,0530	-	0,0678	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	101,43
	0,0530	-	0,0677	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	105,69
	0,0548	-	0,0702	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	99,72
	0,0523	-	0,0667	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	102,67
	0,0536	-	0,0685	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0474	-	-	0,0587	100,41
0,0526	-	0,0671	-		
0,0076	0,0082	-	-		
0,1000	0,0768	-	-	0,0976	101,96

Universitas Indonesia

	0,0821	-	0,1077	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0768	-	-	0,0976	101,84
	0,0820	-	0,1076	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0768	-	-	0,0976	99,73
	0,0805	-	0,1055	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0768	-	-	0,0976	94,72
	0,0770	-	0,1007	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0768	-	-	0,0976	97,68
	0,0791	-	0,1035	-	
	0,0076	0,0082	-	-	
	0,0768	-	-	0,0976	98,35
	0,0795	-	0,1042	-	
	0,0076	0,0082	-	-	

Keterangan :

C1 = kadar sampel yang tidak ditambah standar

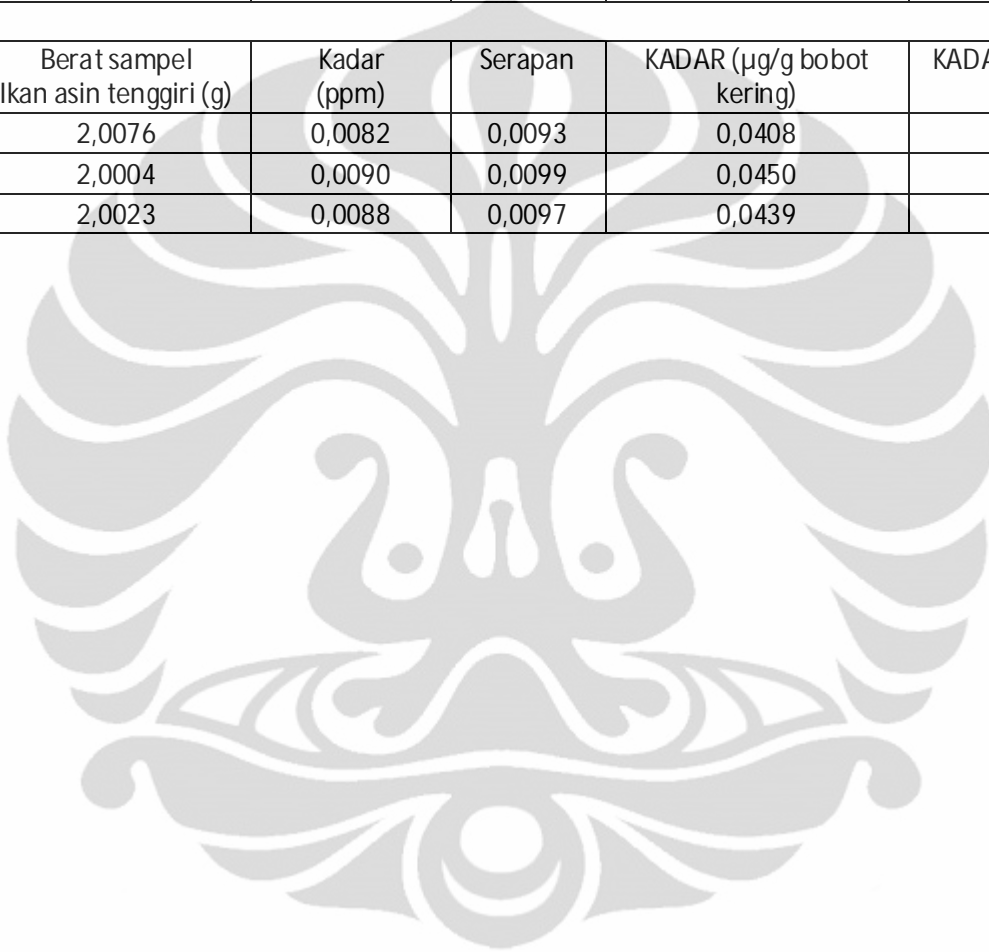
C2 = kadar sampel yang ditambah standar

S = kadar standar yang ditambahkan

Tabel 4.15 Hasil penetapan kadar kadmium pada ikan teri kering dan ikan asin tenggiri

Berat sampel ikan teri kering (g)	Kadar (ppm)	Serapan	Kadar ($\mu\text{g/g}$ bobot kering)	Kadar ($\mu\text{g/g}$ bobot basah)
2,0076	0,0217	0,0192	0,1081	0,1060
2,0098	0,0230	0,0201	0,1144	0,1122
2,0041	0,0241	0,0209	0,1203	0,1179

Berat sampel Ikan asin tenggiri (g)	Kadar (ppm)	Serapan	KADAR ($\mu\text{g/g}$ bobot kering)	KADAR ($\mu\text{g/g}$ bobot basah)
2,0076	0,0082	0,0093	0,0408	0,0394
2,0004	0,0090	0,0099	0,0450	0,0434
2,0023	0,0088	0,0097	0,0439	0,0424





Lampiran 1

Cara Perhitungan Susut Pengerinan

$$\% \text{ Susut Pengerinan} = \frac{B_b - B_k}{B_b} \times 100 \%$$

Keterangan:

B_b = Bobot basah sampel (g)

B_k = Bobot kering sampel (g)

Contoh:

Bobot basah ikan asin tenggiri = 39,1213 g

Bobot kering ikan asin tenggiri = 37,7036 g

$$\% \text{ Susut Pengerinan} = \frac{39,1213 - 37,7036}{39,1213} \times 100 \% = 3,62 \%$$

Lampiran 2

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 3

Cara perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi

$$(\quad) = \frac{\overline{(\Sigma(\quad))}}{\quad}$$

Nilai b diperoleh dari persamaan kurva kalibrasi $y = bx + a$, sedangkan nilai $S(y/x)$ diperoleh dengan rumus,

Batas deteksi

$$\text{LOD} = \frac{\quad}{\quad}$$

Batas kuantitasi

$$\text{LOQ} = \frac{\quad}{\quad}$$

Contoh:

Persamaan kurva kalibrasi timbal :

$$y = 0,015515301 + 0,05167235x$$

$$S_{y/x} = \frac{\overline{(\quad, \quad) \dots (\quad, \quad)}}{\quad} = 0,00013488$$

$$\text{LOD} = \frac{\times 0,00013488}{\quad} = 0,0078 \text{ ppm}$$

$$\text{LOD} = \frac{\times 0,00013488}{\quad} = 0,0261 \text{ ppm}$$

Lampiran 4

Cara perhitungan simpangan baku dan koefisien variasi

Rata-rata :

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

Simpangan Baku :

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

Koefisien Variasi :

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

Contoh:

Hasil uji presisi kadmium 0,2 ppm dengan sampel ikan asin tenggiri

Konsentrasi rata-rata (\bar{x}) = 0,0133 ppm

$$SD = \frac{(\dots) \dots (\dots)}{\dots} = 0,01932$$

$$KV = \frac{\dots}{\dots} \times 100\% = 6,49\%$$

Lampiran 5

Cara perhitungan uji perolehan kembali

Uji Perolehan Kembali :

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

keterangan:

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 ikan teri kering tanpa penambahan standar = 0,1464 ppm

Kadar timbal pada ikan teri kering yang ditambahkan standar 0,6080 ppm = 0,7541 ppm

$$= \frac{0,7541 - 0,1464}{0,6080} 100\% = 100,04 \%$$

Lampiran 6

Cara perhitungan penetapan kadar

Kadar sampel logam dalam sampel = $\frac{C}{V} \times M$

Keterangan :

C = Kadar logam dalam sampel yang terbaca (ppm)

V = Volume larutan sampel (ml)

M = massa sampel yang ditimbang (gram)

Untuk menghitung kadar logam dalam satuan $\mu\text{g/g}$ bobot basah :

$$= \frac{C}{V} \times \left(\frac{M}{100\%} \times (100\% - \% \text{Susut Pengerinan}) \right)$$

Contoh :

Kadar kadmium pada ikan teri kering = 0,1464 $\mu\text{g/ml}$

Berat sampel kering yang ditimbang = 2,0076 g

Volume akhir larutan contoh yang disiapkan = 10,0 mL

Susut Pengerinan = 1.94%

$$= \frac{0,1464}{10,0} \times 10,0 = 0,7292 \mu\text{g/g}$$

$$= \frac{0,7292}{100\%} \times \left(\frac{2,0076}{100\%} \times (100\% - 1,94\%) \right) = 0,7151 \mu\text{g/ml}$$