



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb), TEMBAGA
(Cu), DAN KADMIUM (Cd) DALAM TEPUNG GANDUM
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

**DEWI
0706264551**

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



UNIVERSITAS INDONESIA

ANALISIS CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb), TEMBAGA (Cu), DAN KADMIUM (Cd) DALAM TEPUNG GANDUM SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

SKRIPSI

Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi

**DEWI
0706264551**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI FARMASI**

**DEPOK
JULI 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 : Dewi

NPM : 0706264551

Tanda Tangan : 


Tanggal : 5 Juli 2011


HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Dewi
NPM : 0706264551
Program Studi : Farmasi
Judul Skripsi : Analisis Cemaran Logam Timbal (Pb), Tembaga (Cu), dan Kadmium (Cd) dalam Tepung Gandum secara Spektrofotometri Serapan Atom


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

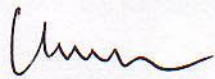
DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Dra. Maryati Kurniadi M.Si., Apt.  (.....)

Pembimbing II : Dra. Azizahwati, MS., Apt.  (.....)

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

Penguji II : Santi Purnasari, M.Si.  (.....)

Penguji III : Drs. Umar Mansur, M.Sc.  (.....)

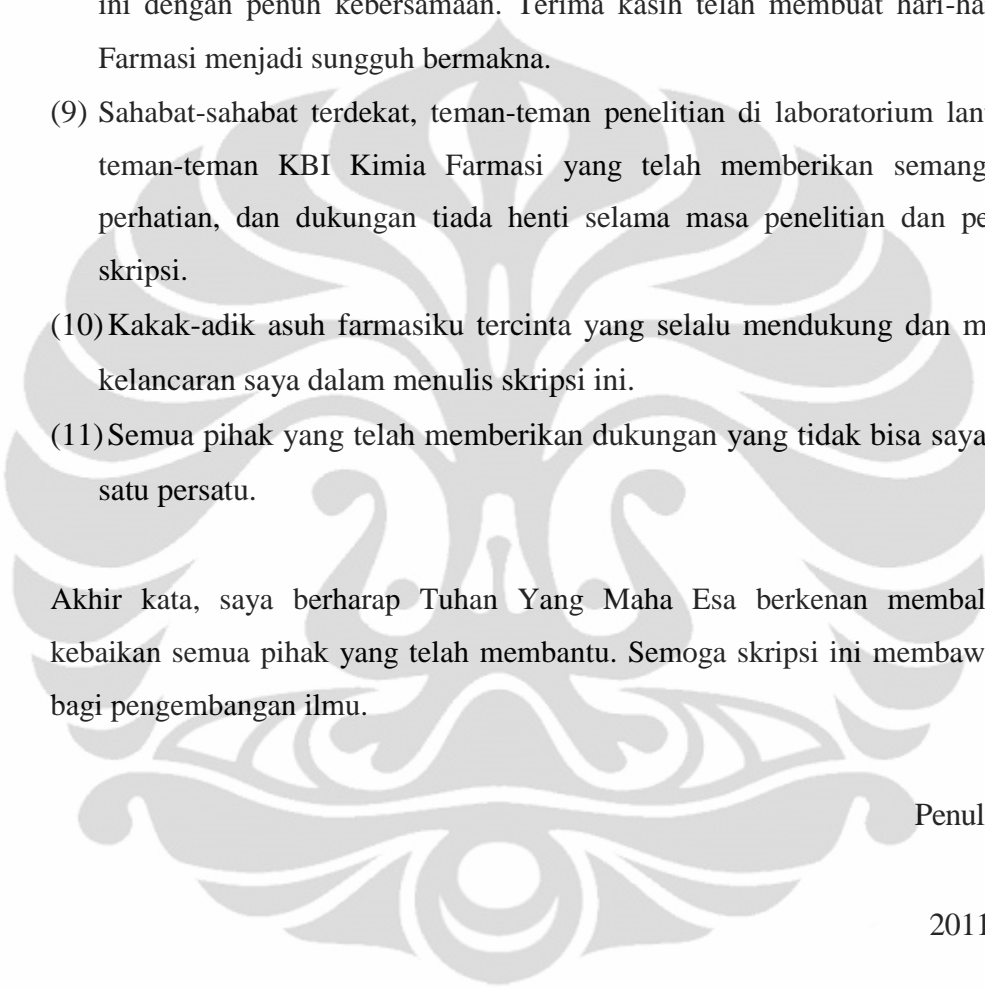
Ditetapkan di : Depok
Tanggal : 5 Juli 2011

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya, saya dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Analisis Cemaran Logam Timbal (Pb), Tembaga (Cu), dan Kadmium (Cd) dalam Tepung Gandum secara Spektrofotometri Serapan Atom”. 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 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) Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, MS, Apt., selaku Ketua Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia;
- (2) Ibu Dra. Maryati K, M.Si., Apt., selaku Dosen Pembimbing I yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya, memberikan bimbingan, motivasi, dan saran yang bermanfaat dalam penyusunan skripsi ini;
- (3) Ibu Dra. Azizahwati, MS., Apt., selaku Dosen Pembimbing II yang telah bersedia menyediakan waktu, tenaga, dan pikirannya untuk memberikan bimbingan, pengarahan, dukungan, serta saran yang bermanfaat selama proses penelitian dan penyusunan skripsi;
- (4) Bapak Drs. Umar Mansur M.Sc., selaku Evaluator yang telah menyediakan waktu, tenaga, dan pikiran untuk mengarahkan saya dan mengevaluasi praseminar saya dalam penyusunan skripsi ini;
- (5) Ibu Pharm. Dr. Joshita Djajadisatra M.S., Ph.D, selaku Pembimbing Akademis yang telah memberikan dukungan dan saran selama masa pendidikan;
- (6) Seluruh staf pengajar, laboran, dan karyawan Departemen Farmasi FMIPA UI yang telah membantu kelancaran dalam perkuliahan dan penelitian serta penyusunan skripsi;

- 
- (7) Keluarga saya tercinta: papa, mama, kakak-kakakku tersayang, Rustina, Antonius, Yenli, dan Fendi yang telah memberikan doa dan dukungan penuh selama masa perkuliahan dan seluruh keluarga besar untu kasih sayang, kesabaran, dukungan, dan doa yang tiada hentinya.
- (8) Teman-teman Farmasi 2007 yang telah melalui masa perkuliahan selama 4 tahun ini dengan penuh kebersamaan. Terima kasih telah membuat hari-hari saya di Farmasi menjadi sungguh bermakna.
- (9) Sahabat-sahabat terdekat, teman-teman penelitian di laboratorium lantai 2, dan teman-teman KBI Kimia Farmasi yang telah memberikan semangat, saran, perhatian, dan dukungan tiada henti selama masa penelitian dan penyusunan skripsi.
- (10) Kakak-adik asuh farmasiku tercinta yang selalu mendukung dan mendoakan kelancaran saya dalam menulis skripsi ini.
- (11) Semua pihak yang telah memberikan dukungan yang tidak bisa saya sebutkan satu persatu.

Akhir kata, saya berharap Tuhan Yang Maha Esa berkenan membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Semoga skripsi ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Penulis

2011

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

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

Nama : Dewi
NPM : 0706264551
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 Non-eksklusif (*Non-exclusive Royalty Free Right*)** atas karya ilmiah saya yang berjudul:

Analisis Cemaran Logam Timbal (Pb), Tembaga (Cu), dan Kadmium (Cd) dalam Tepung Gandum secara Spektrofotometri Serapan Atom

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

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di: Depok

Pada tanggal: Juli 2011

Yang menyatakan



(Dewi)

ABSTRAK

Nama : Dewi
Program Studi : Farmasi
Judul : Analisis Cemaran Logam Timbal (Pb), Tembaga (Cu), dan Kadmium (Cd) dalam Tepung Gandum secara Spektrofotometri Serapan Atom

Pencemaran tanah oleh logam berat yang terakumulasi dalam tanaman dan produk olahan tanaman tersebut akan menimbulkan bahaya bagi manusia yang mengkonsumsinya. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menganalisis dan mengetahui kadar logam timbal, tembaga, dan kadmium pada tepung gandum utuh dan tepung terigu dari negara importir yang berbeda, yaitu Amerika Serikat, Australia, Kanada, dan Turki. Sampel tepung gandum ini kemudian didestruksi dengan 9 ml asam nitrat pekat menggunakan *Microwave Digestion System* (180 °C, 25 menit). Serapan logam dalam sampel diukur dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) pada panjang gelombang yang spesifik, yaitu 283,3 nm untuk timbal; 324,8 nm untuk tembaga; dan 228,8 nm untuk kadmium. Asetilen-udara digunakan sebagai gas pembakar dan oksidannya. Penelitian menunjukkan bahwa tepung terigu Turki mengandung timbal 0,2216 mg/kg, tembaga 2,5427 mg/kg, dan kadmium 0,1045 mg/kg; tepung terigu Australia mengandung timbal 0,3151 mg/kg, tembaga 1,3641 mg/kg, dan kadmium 0,1264 mg/kg; tepung gandum utuh Amerika Serikat mengandung timbal 0,7111 mg/kg, tembaga 5,5128 mg/kg, dan kadmium 0,1618 mg/kg; tepung gandum utuh Kanada mengandung timbal 0,3872 mg/kg, tembaga 3,4577 mg/kg dan kadmium 0,1375 mg/kg. Berdasarkan batas aman yang tertera pada Standar Nasional Indonesia 01-3751-2006, seluruh sampel yang diuji, baik tepung terigu maupun tepung gandum utuh, masih di bawah batas aman dan layak untuk dikonsumsi.

Kata kunci : kadmium, SSA, tembaga, tepung gandum, terigu, timbal
xv + 87 halaman: 13 gambar; 55 tabel; 8 lampiran
Daftar acuan : 46 (1972-2010)

ABSTRACT

Name : Dewi
Study Program: Pharmacy
Title : Analysis of Lead (Pb), Copper (Cu), and Cadmium (Cd)
Contamination in Wheat Flour by Atomic Absorption
Spectrophotometry

Soil contamination caused by heavy metals is accumulated in plants and the processed products. It will be harmful to human's health. The aim of this research was to analyze and investigate the concentration of lead, copper, and cadmium in whole wheat flour and wheat flour from different importer countries, such as USA, Australia, Canada, and Turkey. The samples were destructed with 9 ml concentrated nitric acid using microwave digestion system (180 °C, 25 minutes). Absorption of metals contained in samples were measured with atomic absorption spectrophotometer (AAS) at the specific wavelengths, which were 283,3 nm for lead; 324,8 nm for copper; and 228,8 nm for cadmium. Acetylene-air was used as the fuel gas and oxidant. This research showed that Turkey wheat flour contained lead 0,2216 mg/kg, copper 2,5427 mg/kg, and cadmium 0,1045 mg/kg; Australia wheat flour contained lead 0,3151 mg/kg, copper 1,3641 mg/kg, and cadmium 0,1264 mg/kg; USA whole wheat flour contained lead 0,7111 mg/kg, copper 5,5128 mg/kg, and cadmium 0,1618 mg/kg; Canada whole wheat flour contained lead 0,3872 mg/kg, copper 3,4577 mg/kg and cadmium 0,1375 mg/kg. Based on the safety limit that is allowed by National Standardization Agency of Indonesia 01-3751-2006, all of those analyzed samples either whole wheat flour or wheat flour are safe for human consumption.

Keywords : AAS, cadmium, copper, lead, wheat flour, whole wheat flour
xv + 87 pages : 13 figures; 55 tables; 8 appendices
Bibliography : 46 (1972-2010)

DAFTAR ISI

| | |
|---|-----------|
| HALAMAN JUDUL | ii |
| HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS | iii |
| HALAMAN PENGESAHAN..... | iv |
| KATA PENGANTAR | v |
| LEMBAR PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH..... | vii |
| ABSTRAK | viii |
| ABSTRACT | ix |
| DAFTAR ISI | x |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR TABEL | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xv |
| BAB 1 PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2 Tujuan Penelitian..... | 3 |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA | 4 |
| 2.1 Gandum | 4 |
| 2.2 Jenis-jenis Gandum..... | 4 |
| 2.3 Proses Pembuatan Gandum | 5 |
| 2.4 Logam Berat..... | 6 |
| 2.5 Batas Cemar Logam Berat dalam Tepung Terigu | 10 |
| 2.6 Spektrofotometri Serapan Atom..... | 10 |
| 2.7 Validasi Metode Analisis | 18 |
| BAB 3 METODE PENELITIAN | 22 |
| 3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian..... | 22 |
| 3.2 Bahan | 22 |
| 3.3 Alat | 22 |
| 3.4 Cara Kerja..... | 22 |
| BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN | 30 |
| 4.1 Pembuatan Larutan Induk..... | 30 |
| 4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi..... | 31 |
| 4.3 Validasi Metode Analisis..... | 34 |
| 4.4 Pemilihan dan Penyiapan Sampel..... | 40 |
| 4.5 Penetapan Kadar Timbal, Tembaga, dan Kadmium pada Sampel | 41 |
| BAB 5 KESIMPULAN | 43 |
| DAFTAR ACUAN | 44 |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|-------------|---|----|
| Gambar 2.1 | Spektrofotometer Serapan Atom..... | 11 |
| Gambar 2.2 | <i>Hollow Cathode Lamp</i> | 12 |
| Gambar 2.3 | Proses Atomisasi pada Spektrofotometer Serapan Atom | 13 |
| Gambar 4.1 | Kurva Kalibrasi Timbal | 32 |
| Gambar 4.2 | Kurva Kalibrasi Tembaga | 33 |
| Gambar 4.3 | Kurva Kalibrasi Kadmium | 34 |
| Gambar 4.4 | Tepung Terigu | 48 |
| Gambar 4.5 | Tepung Gandum Utuh (<i>Whole Wheat Flour</i>)..... | 48 |
| Gambar 4.6 | Hasil Destruksi Tepung Gandum..... | 49 |
| Gambar 4.7 | Spektrofotometer Serapan Atom (Shimadzu AA 6300) | 49 |
| Gambar 4.8 | Unit-unit Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) | 50 |
| Gambar 4.9 | <i>Microwave Digestion</i> | 51 |
| Gambar 4.10 | Komponen Bejana dalam <i>Microwave Digestion System</i> | 51 |



DAFTAR TABEL

| | | |
|------------|--|----|
| Tabel 2.1 | Jenis-jenis Gas Pembakar pada Spektrofotometri Serapan Atom..... | 14 |
| Tabel 4.1 | Kurva Kalibrasi Timbal | 32 |
| Tabel 4.2 | Kurva Kalibrasi Tembaga | 33 |
| Tabel 4.3 | Kurva Kalibrasi Kadmium | 33 |
| Tabel 4.4 | Hasil Uji Presisi Timbal, Tembaga, dan Kadmium dengan Berbagai Konsentrasi pada Tepung Terigu Turki dan Tepung Gandum Utuh AS | 36 |
| Tabel 4.5 | Tabel Hasil UPK Rata-rata Timbal, Tembaga, dan Kadmium dengan Berbagai Konsentrasi pada Sampel Tepung Terigu Turki dan Tepung Gandum Utuh AS | 38 |
| Tabel 4.6 | Hasil Penetapan Kadar Timbal, Tembaga, dan Kadmium Rata-rata pada Sampel Tepung Gandum..... | 41 |
| Tabel 4.7 | Hasil Uji Linearitas Timbal..... | 52 |
| Tabel 4.8 | Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ) Timbal | 52 |
| Tabel 4.9 | Hasil Uji Presisi Timbal 0,05 ppm pada Tepung Terigu Turki | 52 |
| Tabel 4.10 | Hasil Uji Presisi Timbal 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki | 53 |
| Tabel 4.11 | Hasil Uji Presisi Timbal 0,5 ppm pada Tepung Terigu Turki | 53 |
| Tabel 4.12 | Hasil Uji Presisi Timbal 0,8 ppm pada Tepung Terigu Turki | 53 |
| Tabel 4.13 | Hasil Uji Presisi Timbal 0,1 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 54 |
| Tabel 4.14 | Hasil Uji Presisi Timbal 0,5 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS | 54 |
| Tabel 4.15 | Hasil Uji Presisi Timbal 0,8 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 54 |
| Tabel 4.16 | Hasil UPK Timbal 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki | 55 |
| Tabel 4.17 | Hasil UPK Timbal 0,5 ppm pada Tepung Terigu Turki | 56 |
| Tabel 4.18 | Hasil UPK Timbal 0,8 ppm pada Tepung Terigu Turki | 57 |
| Tabel 4.19 | Hasil UPK Timbal 0,1 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 58 |
| Tabel 4.20 | Hasil UPK Timbal 0,5 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 59 |
| Tabel 4.21 | Hasil UPK Timbal 0,8 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 60 |
| Tabel 4.22 | Penetapan Kadar Timbal dalam Tepung Gandum | 60 |
| Tabel 4.23 | Hasil Uji Linearitas Tembaga | 61 |
| Tabel 4.24 | Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ) Tembaga | 61 |

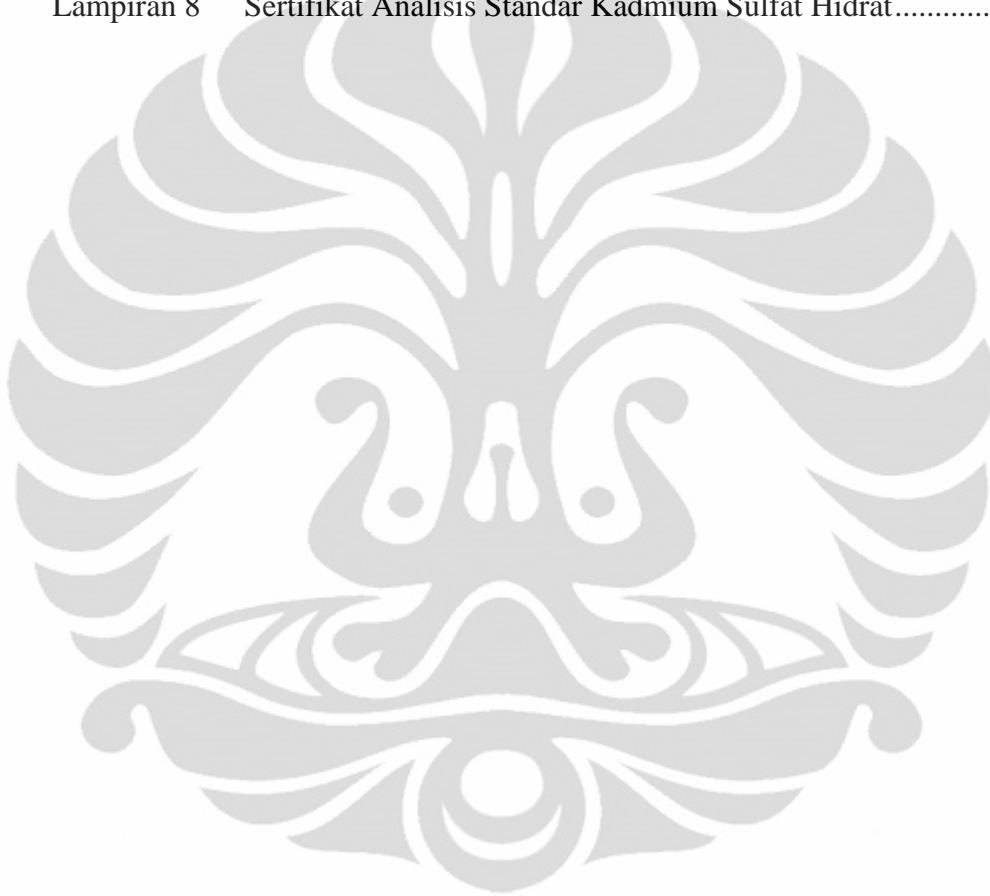
| | | |
|------------|---|----|
| Tabel 4.25 | Hasil Uji Presisi Tembaga 0,1001 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 61 |
| Tabel 4.26 | Hasil Uji Presisi Tembaga 0,5005 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 62 |
| Tabel 4.27 | Hasil Uji Presisi Tembaga 0,8008 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 62 |
| Tabel 4.28 | Hasil Uji Presisi Tembaga 1,0010 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 62 |
| Tabel 4.29 | Hasil Uji Presisi Tembaga 0,5005 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 63 |
| Tabel 4.30 | Hasil Uji Presisi Tembaga 0,8008 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 63 |
| Tabel 4.31 | Hasil Uji Presisi Tembaga 1,0010 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 63 |
| Tabel 4.32 | Hasil UPK Tembaga 0,5005 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 64 |
| Tabel 4.33 | Hasil UPK Tembaga 0,8008 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 65 |
| Tabel 4.34 | Hasil UPK Tembaga 1,0010 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 66 |
| Tabel 4.35 | Hasil UPK Tembaga 0,5005 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 67 |
| Tabel 4.36 | Hasil UPK Tembaga 0,8008 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 68 |
| Tabel 4.37 | Hasil UPK Tembaga 1,0010 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 69 |
| Tabel 4.38 | Penetapan Kadar Tembaga dalam Tepung Gandum..... | 69 |
| Tabel 4.39 | Hasil Uji Linearitas Kadmium..... | 70 |
| Tabel 4.40 | Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) Kadmium..... | 70 |
| Tabel 4.41 | Hasil Uji Presisi Kadmium 0,02 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 70 |
| Tabel 4.42 | Hasil Uji Presisi Kadmium 0,06 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 71 |
| Tabel 4.43 | Hasil Uji Presisi Kadmium 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 71 |
| Tabel 4.44 | Hasil Uji Presisi Kadmium 0,02 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 71 |
| Tabel 4.45 | Hasil Uji Presisi Kadmium 0,06 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 72 |
| Tabel 4.46 | Hasil Uji Presisi Kadmium 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 72 |
| Tabel 4.47 | Hasil UPK Kadmium 0,02 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 73 |
| Tabel 4.48 | Hasil UPK Kadmium 0,06 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 74 |
| Tabel 4.49 | Hasil UPK Kadmium 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki..... | 75 |
| Tabel 4.50 | Hasil UPK Kadmium 0,02 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 76 |

| | | |
|------------|--|----|
| Tabel 4.51 | Hasil UPK Kadmium 0,06 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 77 |
| Tabel 4.52 | Hasil UPK Kadmium 0,1 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS..... | 78 |
| Tabel 4.53 | Penetapan Kadar Kadmium dalam Tepung Gandum..... | 78 |
| Tabel 4.54 | Rentang Kesalahan yang Diijinkan pada Setiap Konsentrasi Analit dalam Matriks..... | 79 |



DAFTAR LAMPIRAN

| | | |
|------------|---|----|
| Lampiran 1 | Cara Memperoleh Persamaan Garis Linier | 80 |
| Lampiran 2 | Cara Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi | 81 |
| Lampiran 3 | Cara Perhitungan Simpangan Baku dan Koefisien Variasi . | 82 |
| Lampiran 4 | Cara Perhitungan Uji Perolehan Kembali (UPK) | 83 |
| Lampiran 5 | Cara Perhitungan Penetapan Kadar Logam dalam Sampel... | 84 |
| Lampiran 6 | Sertifikat Analisis Standar Timbal (II) Nitrat | 85 |
| Lampiran 7 | Sertifikat Analisis Standar Tembaga (II) Sulfat Pentahidrat | 86 |
| Lampiran 8 | Sertifikat Analisis Standar Kadmium Sulfat Hidrat..... | 87 |



BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tepung gandum sebagai bahan makanan adalah tepung yang terbuat dari biji gandum *Triticum aestivum* Linn dan atau *Triticum compactum* Host. Hingga saat ini, tepung gandum merupakan produk impor dari negara-negara subtropis, seperti Amerika, Australia, dan Uni Eropa. Masyarakat Indonesia cenderung lebih menyukai produk olahan tepung gandum, seperti mie instan, roti, dan biskuit sehingga impor tepung gandum semakin meningkat (Nurmala, 1990).

Secara garis besar, tepung gandum dibagi menjadi dua jenis, yaitu tepung terigu dan tepung gandum utuh (*whole wheat flour*). Tepung terigu terbuat dari endosperma biji gandum, sedangkan tepung gandum utuh terbuat dari endosperma, *bran* (kulit ari), dan lembaga biji gandum. Dengan kata lain, tepung gandum utuh terbuat dari hampir keseluruhan bagian biji gandum tanpa kulit. Hal ini menyebabkan warna tepung gandum utuh lebih coklat dan teksturnya lebih kasar daripada tepung terigu biasa (Nurmala, 1990).

Pada tahun 1999, dilakukan penelitian terhadap 250 sampel gandum gandum 233 sampel jelai yang ditanam di Uni Eropa. Jelai termasuk famili Poaceae, sama seperti biji gandum hanya saja spesiesnya berbeda, yaitu *Hordeum vulgare*. Hasil dari penelitian tersebut menyatakan bahwa adanya 10 sampel gandum dan 20 sampel jelai di Uni Eropa tersebut terbukti mengandung cemaran logam berat timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) yang melebihi batas aman yang telah ditentukan. Batas aman cemaran logam timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) untuk biji gandum dan jelai adalah 0,2 mg/kg, 5 mg/kg, dan 0,2 mg/kg. Hal ini diduga disebabkan oleh adanya pencemaran tanah di Uni Eropa (McGrath, 1999).

Faktor yang diduga merupakan penyebab pencemaran adalah banyaknya penggunaan garam tembaga dalam bidang pertanian, misalnya sebagai fungisida bubuk *Bordeaux* atau *Bordeaux mixture* yang mengandung 1-3% larutan tembaga (II) sulfat untuk membasmi jamur pada sayur, buah, dan biji tanaman. Senyawa tembaga (II) sulfat juga sering digunakan untuk herbisida dan membasmi siput

sebagai inang dari parasit dan cacing (Pears, 2005). Penggunaan pupuk fosfat, yaitu pupuk *Triple Super Phosphat* (TSP) juga menjadi penyebab pencemaran tanah. Pupuk TSP dibuat dari bahan tambang batuan fosfat yang mengandung fosfor dan unsur-unsur lain, seperti logam kadmium (Cd). Pada proses pembuatan pupuk TSP umumnya tidak pernah dihasilkan unsur fosfor (P) murni, tetapi selalu terkontaminasi dengan unsur kadmium (Cd). Kadar logam kadmium (Cd) dalam pupuk TSP yaitu antara 1-170 mg/kg (Roechan, 1982). Adanya logam timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) di dalam tanah dapat diserap dengan cepat oleh tanaman sehingga jumlah logam-logam berat tersebut akan terakumulasi dalam tanaman selama pertumbuhan, dalam hal ini adalah tanaman gandum (Sunarto, 1992).

Kontaminasi logam berat, seperti timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) dalam makanan dengan konsentrasi yang melebihi batas aman yang telah ditentukan dapat menimbulkan efek buruk terhadap kesehatan konsumen. Toksisitas akut dari logam-logam tersebut umumnya menimbulkan gangguan saluran cerna, seperti perut kaku, mual, muntah, dan diare, terutama pada anak-anak. Logam berat tersebut merupakan logam yang bersifat kumulatif di dalam tubuh. Paparan kronis timbal pada orang dewasa mengakibatkan hipertensi, nefropati, anemia, neuropati perifer, dan ensefalopati, sedangkan toksisitas kronis kadmium menimbulkan penyakit paru obstruktif, emfisema, kerusakan tubular ginjal, dan deformasi tulang. Keracunan tembaga kronis pada tubuh mengakibatkan hemolisis darah (Darmono, 1995).

Sekarang ini, terjadi peningkatan penggunaan tepung gandum Indonesia yang digunakan untuk membuat produk olahan tepung gandum yang sangat digemari masyarakat Indonesia. Sampel yang dipilih berasal dari negara importir Amerika Serikat, Australia, Kanada, dan Turki karena tepung gandum yang beredar di Indonesia sebagian besar merupakan produk impor dari negara-negara tersebut (Nurmala, 1999).

Berdasarkan hal-hal di atas, maka dilakukan penelitian tentang analisis logam berat timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) dalam tepung gandum. Sampel tepung gandum dari negara importir Amerika Serikat (AS), Kanada, Australia, dan Turki dianalisis menggunakan metode spektrofotometri serapan

atom. Metode ini dipilih karena sangat spesifik untuk unsur yang dianalisis, sensitif, waktu pengerjaannya cepat, dan sudah banyak digunakan untuk menetapkan kadar logam berat sehingga validasi metodenya telah dilakukan (Haris & Gunawan, 1992). Dengan penelitian ini, diharapkan cemaran logam berat timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) pada tepung gandum yang beredar di Indonesia berada di bawah batas aman yang telah ditentukan oleh Standar Nasional Indonesia 01-3751-2006.

1.2 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui dan menetapkan kadar cemaran logam timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) dalam tepung terigu Turki dan Australia; tepung gandum utuh (*whole wheat flour*) Amerika Serikat dan Kanada.
2. Mengetahui apakah kandungan cemaran logam timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) dalam tepung terigu Turki dan Australia; tepung gandum utuh (*whole wheat flour*) Amerika Serikat dan Kanada masih dalam batas aman untuk dikonsumsi masyarakat berdasarkan Standar Nasional Indonesia 01-3751-2006.

BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Gandum

Gandum merupakan bahan utama untuk menghasilkan tepung gandum.

Klasifikasi gandum secara ilmiah adalah (Nurmala, 1990):

Kerajaan : Plantae
Divisi : Magnoliophyta
Kelas : Liliopsida
Ordo : Poales
Famili : Poaceae
Genus : *Triticum* L.

2.2 Jenis-jenis Tepung Gandum

Tepung gandum yang beredar di Indonesia memiliki karakteristik dan fungsi yang berbeda-beda, yaitu (Nurmala, 1990):

1. *Hard Wheat Flour* (Tepung Gandum Protein Tinggi)

Tepung ini terbuat dari gandum keras (*hard wheat*), yaitu *T. compactum*. Kandungan proteinnya 11-13% dan bersifat elastis.

2. *Medium Wheat Flour* (Tepung Gandum Protein Sedang)

Jenis tepung gandum *medium wheat* ini terbuat dari campuran *T. aestivum* dan *T. compactum* yang mengandung 10 - 11% protein. Sebagian orang mengenalnya dengan sebutan *all-purpose flour* atau tepung serba guna.

3. *Soft Wheat Flour* (Tepung Gandum Protein Rendah)

Tepung ini terbuat dari gandum lunak atau *soft wheat*, yaitu *T. aestivum* dengan kandungan protein 8-9%.

4. *Self Raising Flour*

Jenis tepung ini sama seperti tepung gandum protein sedang hanya saja sudah ditambahkan bahan pengembang. Dengan penambahan ini, maka tidak perlu menambahkan pengembang lagi ke dalam adonan.

5. *Enriched Flour*

Enriched Flour merupakan tepung gandum yang ditambahkan dengan beragam vitamin atau mineral dengan tujuan memperbaiki nilai gizi terkandung. Umumnya harganya relatif lebih mahal.

6. *Whole Wheat Flour*

Tepung ini biasanya dibuat dari biji gandum utuh termasuk *bran* (kulit ari) dan lembaganya selain endosperma sehingga warna tepung lebih gelap/lebih coklat. *Whole wheat flour* sangat cocok untuk makanan kesehatan dan menu diet karena kandungan serat dan proteinnya sangat tinggi.

2.3 Proses Pembuatan Tepung Gandum

Tepung gandum diperoleh dari hasil penggilingan biji gandum yang mengalami beberapa tahap pengolahan. Beberapa tahap proses pengolahan tersebut adalah tahap persiapan dan tahap penggilingan. Tahap persiapan meliputi proses *cleaning* (pembersihan), *dampening* (pelembaban), dan *conditioning* (pengondisian). Pada tahap *cleaning*, gandum dibersihkan dari kotoran-kotoran, seperti debu dan biji-biji lain selain gandum, seperti biji jagung, kedelai, batu-batuan, kerikil, logam, dan lain-lain. Kontaminan-kontaminan tersebut harus dipisahkan dari gandum sebelum proses penggilingan. Penggunaan ayakan kasar dan magnet dapat memisahkan benda-benda asing dan substansi logam yang terdapat pada gandum sedangkan untuk kontaminan kecil diperlukan perlakuan khusus untuk memisahkannya dari gandum (Paul, 1972).

Gandum yang telah dibersihkan mengalami proses selanjutnya yaitu proses *dampening* dan *conditioning*. Proses *dampening* adalah proses penambahan air agar campuran gandum memiliki kadar air yang diinginkan. Proses *dampening* tergantung pada kandungan air dari gandum, kepadatan, dan kekerasan biji gandum. Setelah melalui proses *dampening*, gandum mengalami *conditioning* dengan didiamkan selama waktu tertentu agar air benar-benar meresap. Tahap ini bertujuan untuk membuat kulit gandum menjadi liat sehingga tidak hancur pada saat digiling, mencapai kadar air tepung gandum yang diinginkan, dan

melunakkan endosperma sehingga memudahkan endosperma terlepas dari kulit (Paul, 1972).

Tahap selanjutnya adalah tahap penggilingan yang meliputi proses *breaking* dan *reduction*. Prinsip proses penggilingan adalah memisahkan endosperma dari lapisan sel aleuron atau kulit. Diawali dengan proses *breaking* dengan menghancurkan endosperma menjadi partikel-partikel dalam ukuran yang seragam, yaitu bubuk kasar. Tahap setelah proses *breaking* adalah proses *reduction*, yaitu endosperma yang sudah dihancurkan diperkecil lagi partikelnya menjadi tepung gandum kemudian diayak untuk dipisahkan dari *bran* dan lembaga. Selama proses penggilingan dihasilkan produk samping, seperti dedak (Paul, 1972).

2.4 Logam Berat

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

Logam berat adalah unsur yang mempunyai densitas lebih besar dari 5 g/cm^3 , dan mempunyai nomor atom 22 sampai 92 yang terletak pada periode III sampai VII dalam susunan berkala. Logam berat jarang sekali berbentuk atom sendiri di dalam air, tetapi biasanya terikat oleh senyawa lain sehingga berbentuk sebuah molekul. Logam berat merupakan senyawa kimia yang berpotensi menimbulkan masalah pencemaran lingkungan. Logam berat memiliki kekuatan dan ketahanan yang baik, daya pantul cahaya dan daya hantar listrik yang tinggi, dan daya hantar panas yang cukup baik (Dahuri, 1996).

Berdasarkan sudut pandang toksikologi, logam berat dibagi menjadi dua jenis yaitu logam berat esensial dan logam berat tidak esensial (beracun). Keberadaan logam berat esensial dalam jumlah tertentu sangat dibutuhkan oleh setiap organisme hidup, seperti antara lain, seng (Zn), tembaga (Cu), besi (Fe), kobalt (Co), dan mangan (Mn). Sebaliknya, keberadaan logam berat tidak esensial dalam tubuh organisme hidup dapat bersifat racun, seperti logam merkuri (Hg),

kadmium (Cd), timbal (Pb), kromium (Cr), dan lain-lain. Logam berat esensial dibutuhkan oleh setiap organisme hidup, namun dalam jumlah yang berlebihan dapat menimbulkan efek racun (Palar, 1994).

2.4.1 Pencemaran Logam Berat terhadap Makanan, Bahan Makanan, dan Tanaman

Tercemarnya makanan dan bahan makanan oleh logam berat dapat terjadi melalui berbagai cara, antara lain melalui bahan baku, proses produksi, dan pengemasan (Dahuri, 1996).

1. Melalui bahan baku

Logam berat dapat masuk ke dalam tanaman melalui media tanam (tanah) atau substrat yang telah terkontaminasi oleh logam timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) kemudian terserap oleh tanaman. Selain itu, penggunaan pupuk yang berlebihan juga dapat menyebabkan tingginya kadar logam dalam tanaman.

2. Melalui proses produksi

Pencemaran oleh logam dapat disebabkan oleh penggunaan alat produksi dan bahan-bahan lain yang telah terkontaminasi oleh logam timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) sehingga logam tersebut migrasi ke dalam makanan.

3. Melalui proses pengemasan

Wadah makanan yang terbuat dari kaleng dapat melepaskan unsur-unsur logam ke dalam makanan kaleng. Pelepasan unsur logam tersebut terutama akan terjadi jika bagian dalam kaleng tidak diberi lapisan pelindung yang baik atau dapat juga disebabkan karena cacat pada bagian dalam kaleng sehingga isi kaleng mengadakan kontak langsung dengan logam (Muchtadi, 1995).

Sumber pencemaran logam berat pada tanaman, yaitu (Verloo, 1993):

1. Air

Air yang tercemar logam akan diserap oleh akar tanaman bersama dengan nutrisi lainnya dan ditimbun oleh jaringan tanaman.

2. Tanah

Pencemaran logam berat pada tanah daratan sangat erat hubungannya dengan pencemaran udara dan air.

3. Pupuk

Pupuk TSP mengandung unsur fosfor (P) dan unsur logam berat lainnya, seperti kadmium (Cd) dan hampir seluruhnya larut dalam air sehingga dapat segera diserap oleh tanaman (Rinsema, 1983).

Penyebab utama logam berat menjadi bahan pencemar berbahaya adalah sifat logam berat yang tidak dapat dihancurkan (*nondegradable*) oleh organisme hidup yang ada di lingkungan sekitarnya. Akibatnya, logam-logam tersebut akan terakumulasi dan mengendap membentuk senyawa kompleks bersama bahan-bahan organik dan anorganik (Dahuri, 1996).

2.4.2 Karakteristik Logam Berat

2.4.2.1 Timbal (Pb)

Timbal (Pb) merupakan senyawa kimia dengan nomor atom 82, titik leleh 327,46 °C, dan titik didih 1749 °C. Timbal (Pb) berada di alam dalam bentuk batuan galena (PbS), sensite (PbCO₃), dan alglesit (PbSO₄). Timbal mudah dibentuk dan dapat digunakan untuk melapisi logam untuk mencegah perkaratan (Gayer, 1986).

Timbal (Pb) merupakan logam berat yang tersebar lebih luas dibanding kebanyakan logam toksik lainnya. Timbal memiliki bentuk berupa serbuk berwarna abu-abu gelap. Sumber pencemaran timbal dapat berasal dari tanah, udara, air, hasil pertanian, makanan dan minuman kaleng, limbah tukang emas, industri rumah, baterai, dan percetakan. Makanan dan minuman yang bersifat asam seperti air tomat, air buah apel, dan asinan dapat melarutkan timbal yang terdapat pada lapisan mangkuk dan panci. Sumber utama limbah timbal adalah gas buang kendaraan bermotor dan limbah industri. Diperkirakan 65% dari pencemaran udara disebabkan emisi yang dikeluarkan oleh kendaraan bermotor, dimana timbal digunakan sebagai bahan tambahan pada bensin (Mukono, 1991).

Timbal dapat masuk ke dalam tubuh melalui pernapasan, makanan, dan minuman. Termakannya senyawa timbal dapat mengakibatkan gejala keracunan seperti gangguan gastrointestinal, rasa logam pada mulut, muntah, sakit perut, dan diare. Di dalam tubuh timbal terikat pada gugus sulfidril (-SH) pada molekul

protein dan hal ini menyebabkan hambatan pada aktivitas kerja sistem enzim. Timbal tidak dibutuhkan oleh manusia sehingga bila makanan tercemar oleh logam tersebut, tubuh akan mengeluarkannya sebagian dan sisanya akan terakumulasi dalam tubuh yang dapat menyebabkan gangguan dan kerusakan pada saraf, hati, ginjal, tulang, dan otak. Pada bayi dan anak-anak, keracunan timbal dapat menyebabkan ensefalopati, gangguan mental, dan penurunan kecerdasan (Setyawan, 2004).

Bagi sebagian besar manusia, sumber utama asupan timbal adalah makanan yang biasanya menyumbang 0,1–0,3 mg/hari. Apabila timbal yang masuk ke dalam tubuh sebanyak 0,6 mg/hari dapat menyebabkan keracunan timbal (Homan & Brogan, 1993).

2.4.2.2 Tembaga (Cu)

Tembaga (Cu) merupakan mikroelemen esensial bagi tubuh. Oleh karena itu, tembaga harus selalu ada di dalam makanan. Hal yang perlu diperhatikan adalah menjaga agar kadar tembaga di dalam tubuh tidak berkurang dan juga tidak berlebihan. Kebutuhan tubuh per hari akan tembaga adalah 0,05 mg/kg berat badan. Pada kadar tersebut tidak terjadi akumulasi tembaga (Cu) pada tubuh manusia normal. Dalam industri, tembaga banyak digunakan dalam industri cat dan fungisida. Pada bahan makanan, cemaran logam tembaga (Cu) dapat terjadi akibat penggunaan pestisida secara berlebihan (Ganiswara, 1995).

Adanya tembaga (Cu) dalam jumlah yang besar dalam tubuh dapat menyebabkan gejala-gejala yang akut. Keracunan tembaga dapat menyebabkan gangguan pencernaan seperti sakit perut, mual, muntah, dan diare, serta gangguan sistem peredaran darah. Beberapa kasus yang parah dapat menyebabkan gagal ginjal dan kematian (Darmono, 1995).

2.4.2.3 Kadmium (Cd)

Pencemaran kadmium dapat berasal dari kontaminasi makanan dan penggunaan sisa lumpur kotor sebagai pupuk tanaman pangan serta hasil peleburan dan penggunaannya dalam industri (Roechan, 1982).

Kadmium (Cd) merupakan salah satu dari berbagai jenis logam berat yang berbahaya, tidak hanya bagi tanaman tapi juga bagi manusia dan hewan. Logam kadmium masuk ke dalam tubuh melalui saluran pernapasan dan saluran pencernaan (Roth & Blasvhke, 1988). Kadmium (Cd) mempunyai kekuatan ikatan yang tinggi dengan gugus sulfidril (-SH) pada enzim dan protein. Oleh karena itu, keberadaan kadmium akan mengganggu aktivitas enzim, metabolisme besi (Fe), dan menyebabkan klorosis (kekurangan klorofil) pada daun (Setyawan, 2004).

2.5 Batas Cemaran Logam Berat dalam Tepung Terigu

Menurut SNI 01-3751-2006, batas maksimum cemaran logam berat timbal (Pb) pada tepung terigu dan olahannya adalah 1,10 mg/kg. Untuk tembaga (Cu), batas maksimum cemaran pada tepung terigu dan olahannya adalah 10,0 mg/kg, batas maksimum cemaran logam kadmium (Cd) pada tepung terigu dan olahannya tidak tercantum, dan batas cemaran logam kadmium (Cd) untuk bahan makanan dan makanan yang tidak tercantum adalah 0,2 mg/kg (Standar Nasional Indonesia, 2006).

Menurut SNI 7387:2009, batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) pada tepung terigu dan olahannya adalah 1,0 mg/kg. Untuk tembaga (Cu) dan kadmium (Cd), batas maksimum cemaran pada tepung terigu dan olahannya tidak tercantum, sedangkan batas maksimum cemaran logam kadmium (Cd) pada biji gandum dan makanan lain yang belum tercantum adalah 0,2 mg/kg (Standar Nasional Indonesia, 2009).

2.6 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Metode spektrofotometri serapan atom diperkenalkan pertama kali oleh Walsh pada tahun 1953 dan dikembangkan di *Exhibition of Physical Institute Melbourne* kemudian dipublikasikan pada tahun 1954. Spektrofotometri serapan atom merupakan metode yang digunakan untuk menentukan kadar logam dalam suatu sampel. Keuntungan dari metode spektrofotometri serapan atom adalah waktu pengerjaan yang cepat, alatnya yang sensitif, dan sangat spesifik untuk

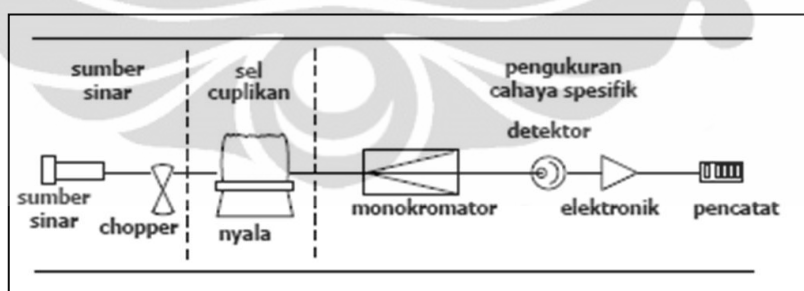
unsur yang akan dianalisis. Metode spektrofotometri serapan atom dapat menentukan kadar logam dengan konsentrasi yang sangat kecil, yaitu sampai *part permillion* (ppm) (Haris & Gunawan, 1992).

2.6.1 Prinsip

Dasar dari spektrofotometri serapan atom adalah penyerapan cahaya oleh atom bebas dari suatu unsur pada tingkat energi terendah (*ground state*). Keadaan *ground state* dari sebuah atom adalah keadaan dimana semua elektron yang dimiliki unsur tersebut memiliki konfigurasi yang stabil. Saat cahaya diserap oleh atom, maka satu atau lebih elektron tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Penyerapan energi cahaya ini berlangsung pada panjang gelombang yang spesifik untuk setiap logam dan mengikuti hukum *Lambert-Beer*, yakni serapan berbanding lurus dengan konsentrasi uap atom dalam nyala (Vandecasteele & Block, 1993).

2.6.2 Instrumentasi

Spektrofotometri serapan atom memiliki lima komponen dasar, yaitu sumber cahaya, sistem atomisasi, monokromator, detektor, dan alat pembacaan (Welz & Michael, 2005).



[Sumber: Welz & Michael, 2005]

Gambar 2.1 Spektrofotometer Serapan Atom

2.6.2.1 Sumber Cahaya

Dua sumber cahaya utama pada alat spektrofotometer serapan atom adalah *hollow cathode lamp* (HCL) dan *electrodeless discharge lamp* (EDL). HCL

merupakan sumber cahaya yang stabil. HCL terdiri dari katoda yang terbuat dari unsur yang akan dianalisis, sedangkan anoda terbuat dari tungsten, nikel, atau *zirconium*. Bagian luar dari HCL terbuat dari kaca *pyrex* atau *quartz*. Lampu ini diisi dengan neon atau argon dengan tekanan 100-200 Pa. Gas-gas tersebut mengemisikan spektrum garis yang tajam. HCL digunakan dengan mengalirkan listrik yang besarnya bergantung pada unsur yang akan dianalisis. Arus listrik tersebut sangat bervariasi antara 1-50 mA. Penggunaan arus listrik yang semakin tinggi dapat mengurangi masa kerja dari HCL (Ingle & Crouch, 1988).

EDL lebih kuat dari HCL, memberikan presisi yang baik, dan batas deteksi yang lebih rendah (Welz dan Michael, 2005). EDL berisi halida atau unsur yang mudah menguap, bersama dengan neon atau argon dengan tekanan antara 30-300 Pa di dalam tabung *quartz*. Sebagian besar EDL memancarkan radiasi 10 kali lebih kuat bila dibandingkan dengan HCL (Ingle & Crouch, 1988).



[Sumber: Shimadzu, 2007]

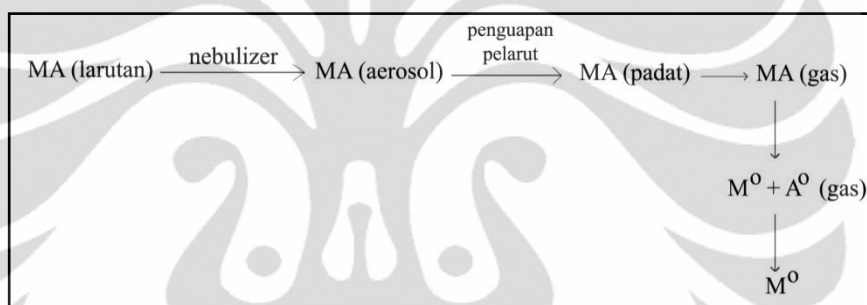
Gambar 2.2 *Hollow Cathode Lamp* (HCL)

2.6.2.2 Sistem Atomisasi

Sistem atomisasi yang digunakan pada spektrofotometer serapan atom dapat berupa nyala atau elektrotermal. Spektrofotometer serapan atom yang memiliki sistem atomisasi berupa nyala disebut *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS), sedangkan spektrofotometri serapan atom yang memiliki sistem atomisasi berupa elektrotermal disebut *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry* (GFAAS).

Universitas Indonesia

Sistem atomisasi nyala dapat digunakan pada banyak unsur yang berbeda. Pada sistem atomisasi nyala, larutan sampel yang mengandung logam dalam bentuk garam akan diubah menjadi aerosol dengan dilewatkan pada *nebulizer*, kemudian dengan adanya penguapan pelarut, butiran aerosol akan menjadi padatan. Setelah itu, terjadi perubahan bentuk dari padatan menjadi gas dan senyawa yang terdapat di dalam sampel akan berdisosiasi menjadi bentuk atom-atomnya (M^0). Beberapa atom akan tereksitasi secara termal oleh nyala, tetapi kebanyakan atom tetap tinggal sebagai atom netral pada tingkat energi terendah (*ground state*). Atom-atom yang berada pada tingkat energi terendah (*ground state*) ini, kemudian menyerap cahaya yang dipancarkan oleh sumber cahaya (Cantle, 1982).



[Sumber: Lajunen, L. H. J., 1992]

Gambar 2.3 Proses Atomisasi pada Spektrofotometer Serapan Atom

Temperatur nyala dapat diperoleh dengan menggunakan kombinasi gas oksidan dan bahan bakar. Nyala yang paling umum digunakan adalah nyala udara-asetilen dan N_2O -asetilen (Vandecasteele dan Block, 1993). Nyala udara-asetilen memiliki temperatur 2100 °C-2300 °C, sedangkan nyala N_2O -asetilen memiliki temperatur 2600 °C-2800 °C. Temperatur pada nyala udara-asetilen ini cukup untuk mendapatkan atomisasi unsur yang akan dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Nyala N_2O -asetilen digunakan untuk penetapan kadar unsur yang membentuk oksida dan sulit terurai. Unsur-unsur tersebut adalah Al, B, Mo, Si, So, Ti, V dan W (Jose, 2002).

Tabel 2.1. Jenis-jenis Gas Pembakar pada Spektrofotometri Serapan Atom

| Gas Pembakar | Gas Oksidan | Temperatur (K) |
|--------------|-------------------|-----------------|
| Asetilena | Udara | 2400-2700 |
| Asetilena | Dinitrogen Oksida | 2900-3100 |
| Asetilena | Oksigen | 3300-3400 |
| Hidrogen | Udara | 2300-2400 |
| Hidrogen | Oksigen | 2800-3000 |
| Sianoen | Oksigen | 4800 |

[Sumber: Maria, 2009]

Sistem atomisasi dengan elektrotermal dapat digunakan untuk mengatasi kelemahan dari sistem nyala seperti, sensitivitas, jumlah sampel, dan penyiapan sampel. Jumlah sampel yang digunakan pada GFAAS lebih sedikit bila dibandingkan dengan FAAS dan sampel yang dianalisis dapat langsung berupa padatan sehingga tidak butuh proses destruksi. Ada tiga tahap atomisasi dengan elektrotermal yaitu tahap pengeringan, tahap pengabuan, dan tahap atomisasi.

Pada tahap pertama, yaitu tahap pengeringan, pelarut yang terkandung dalam sampel diuapkan pada suhu di atas titik didihnya, misalnya untuk menguapkan air, digunakan suhu 110 °C selama 30 detik. Tahap kedua merupakan tahap pengabuan. Suhu yang digunakan dinaikkan menjadi 350 °C-1200 °C untuk menghilangkan senyawa-senyawa organik dalam matriks. Tahap ini dilakukan selama 45 detik. Tahap terakhir adalah tahap atomisasi. Tahap atomisasi menggunakan suhu antara 2000 °C-3000 °C selama beberapa detik. Unsur yang dianalisis akan diatomisasi dan cahaya yang diserap oleh atom-atom dari unsur tersebut diukur (Cantle, 1982).

2.6.2.3 Monokromator

Fungsi monokromator pada spektrofotometer serapan atom adalah untuk memisahkan garis resonansi dari semua garis yang tidak diserap dan dipancarkan

Universitas Indonesia

oleh sumber cahaya. Monokromator yang digunakan berupa kisi difraksi karena sebaran yang terjadi lebih beragam dibandingkan dengan prisma sehingga alat memiliki daya pisah yang baik (Cahyady, 2009).

2.6.2.4 Detektor

Detektor pada spektrofotometer serapan atom berfungsi mengubah intensitas radiasi menjadi arus listrik. Detektor yang umum digunakan adalah tabung penggandaan foton atau *photo multiplier tube detector* (Mulja & Suharman, 1997).

2.6.2.5 Alat Pencatat

Alat pencatat ini merupakan suatu alat yang telah dikalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorpsi. Hasil bacaan dapat berupa angka atau kurva yang menggambarkan nilai serapan atau intensitas emisi (Ganjar & Rohman, 2007).

2.6.3 Penyiapan Sampel

Destruksi sampel dilakukan untuk memutuskan ikatan antara unsur logam dengan matriks sampel agar diperoleh logam dalam bentuk bebas sehingga dapat dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom. (Raimon, 1993). Sebagian besar teknik analisis yang digunakan di laboratorium, termasuk spektrofotometer serapan atom membutuhkan sampel dalam bentuk cairan. Oleh karena itu, perlu dilakukan ekstraksi atau destruksi bila sampel yang digunakan adalah sampel padatan. Tiga teknik destruksi yang mendasar adalah destruksi basah, destruksi kering, dan *fusion*. Reaksi yang terjadi pada ketiga teknik destruksi ini dipengaruhi oleh panas yang berasal dari penangas listrik, *digestor block*, dan *microwave* (Anderson, 1999).

2.6.3.1 Destruksi kering

Destruksi kering dilakukan dengan cara memanaskan sampel pada suhu 400 °C-600 °C selama 5–15 jam di dalam tungku. Hasil destruksi yang diperoleh

dilarutkan dalam larutan asam untuk menghasilkan larutan ion logam. Proses yang terjadi pada destruksi kering adalah penguapan kelembaban, penguapan bahan yang mudah menguap, dan oksidasi residu yang tidak mudah menguap sampai semua bahan organik menjadi hancur (Anderson, 1999).

Destruksi kering merupakan teknik yang mudah. Kemungkinan terjadinya kontaminasi akibat penggunaan pelarut sangat kecil karena pelarut digunakan dalam jumlah sedikit. Kontaminasi yang cukup besar dapat berasal dari *crucible* terbuka yang memungkinkan debu dari udara dan tungku dapat masuk. Unsur yang mudah menguap juga dapat menjadi masalah pada proses destruksi kering karena dapat berikatan dengan bahan penyusun tungku (Raimon, 1993).

2.6.3.2 Destruksi Basah

Destruksi basah dilakukan dengan menambahkan larutan asam pekat pada sampel. Larutan asam yang biasa digunakan adalah asam nitrat pekat, asam sulfat pekat, dan asam perklorat pekat. Larutan asam dapat digunakan secara tunggal maupun campuran larutan asam (Raimon, 1993).

Larutan asam nitrat pekat merupakan asam yang paling efektif dan paling sering digunakan dalam destruksi basah karena dapat memecah sampel menjadi senyawa yang mudah terurai dan larutan asam nitrat pekatnya sendiri sukar menguap. Asam nitrat digunakan sebagai oksidan primer untuk proses dekomposisi bahan organik dan dapat digunakan dengan berbagai teknik pemanasan, seperti dengan menggunakan penangas listrik dan *microwave*. Asam sulfat dan asam perklorat merupakan asam-asam lain yang digunakan untuk destruksi, biasanya digunakan bersama dengan asam nitrat untuk menyempurnakan proses destruksi yang telah terjadi asam perklorat, lalu dipanaskan pada suhu 200 °C-300 °C (Christian, 1994).

2.6.3.3 Fusion

Teknik ini digunakan untuk senyawa anorganik. Sampel yang akan dianalisis ditambahkan dengan garam-garam, seperti natrium peroksida, natrium hidroksida, kalium fluorida, kalium pirosulfat, natrium nitrat, dan kalium nitrat,

kemudian dipanaskan. Penambahan garam dalam jumlah yang cukup banyak dapat menimbulkan kontaminasi yang besar (Anderson, 1999).

2.6.3.4 Destruksi dengan Menggunakan *Microwave*

Destruksi dengan menggunakan microwave merupakan modifikasi dari metode destruksi basah biasa. Metode destruksi ini telah banyak digunakan dalam proses penyiapan sampel sebelum dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom. Larutan asam ditambahkan ke dalam sampel kemudian didestruksi selama 5-40 menit. Destruksi dengan *microwave* menggunakan bejana yang kedap sehingga waktu yang digunakan untuk mendestruksi sampel lebih singkat dan dalam satu kali proses dapat langsung mendestruksi 8-12 sampel sehingga kerja peneliti menjadi lebih singkat. Inilah yang membedakan destruksi menggunakan *microwave* berbeda dengan destruksi basah biasa yang hanya menggunakan labu Erlenmeyer terbuka (tidak kedap) yang dipanaskan di atas penangas listrik (Anderson, 1999).

2.6.4 Gangguan pada Spektrofotometri Serapan Atom

2.6.4.1 Gangguan Spektra

Gangguan spektra terjadi bila panjang gelombang dari unsur yang diperiksa berhimpit dengan panjang gelombang dari atom atau molekul lain yang terdapat dalam larutan yang sedang diperiksa. Jarak antara spektrum yang satu dengan yang lain kurang dari 0,01 nm. Gangguan ini jarang dijumpai pada spektrofotometer serapan atom karena penggunaan sumber cahaya yang spesifik untuk unsur yang bersangkutan (Roth & Blasvhke, 1988).

2.6.4.2 Gangguan Fisika

Gangguan fisika dapat terjadi karena perubahan viskositas larutan yang mempengaruhi kecepatan sampel menuju detektor dan konsentrasi sampel. Oleh karena itu, sifat-sifat fisika zat yang diperiksa dan larutan pembanding harus sama (Oberdier, 1996).

2.6.4.3 Gangguan Kimia

Gangguan kimia terbagi dua yaitu, gangguan kimia dalam bentuk uap dan bentuk padat. Gangguan kimia biasanya memperkecil jumlah atom pada level energi terendah (*ground state*). Dalam nyala, atom dalam bentuk uap dapat berkurang karena terbentuknya senyawa seperti senyawa oksida atau klorida. Dengan menggunakan nyala yang sesuai, gangguan ini dapat dikurangi (Ebdon, 2006).

Gangguan bentuk padat disebabkan karena terbentuknya senyawa yang sukar menguap atau sukar terdisosiasi dalam nyala. Hal ini terjadi pada saat pelarut menguap meninggalkan partikel-partikel padat waktu melewati nyala. Gangguan padat dapat diatasi dengan mengubah kondisi nyala, misalnya dengan menambah aliran bahan bakar atau menggunakan nyala dengan suhu yang lebih tinggi, misalnya N₂O-asetilen sehingga dapat memperkecil pembentukan oksida yang stabil (Ebdon, 2006).

2.7 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah proses di mana suatu metode ditetapkan melalui serangkaian uji laboratorium untuk mengetahui bahwa parameter metode yang diuji memenuhi persyaratan untuk penerapan metode yang dimaksud. Tujuan utama validasi adalah untuk menjamin metode analisis yang digunakan mampu memberikan hasil yang cermat, handal, dan dapat dipercaya. Parameter metode analisis adalah kecermatan (akurasi), keseksamaan (presisi), selektivitas, linearitas, rentang, batas kuantitasi (LOQ) dan batas deteksi (LOD), ketangguhan, dan kekuatan (Horwitz, 1975).

2.7.1 Kecermatan

Kecermatan atau akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Biasanya dinyatakan sebagai persen perolehan kembali atau *recovery*. Ada tiga cara untuk menentukan kecermatan, yaitu metode perbandingan terhadap standar acuan, metode simulasi (*spike placebo recovery*), dan metode penambahan standar

(*standard addition method*). Persen perolehan kembali dinyatakan sebagai rasio antara hasil kadar yang diperoleh dengan kadar yang sebenarnya. Kriteria cermat diberikan jika hasil analisis memberikan nilai antara 98%-102%. Untuk sampel biologis dan nabati, syarat akurasi yang baik adalah $\pm 10\%$ dari syarat akurasi untuk sediaan (98%-102%) (Fifield & Kealey, 2000).

2.7.2 Keseksamaan

Keseksamaan atau presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual yang diukur melalui penyebaran hasil individu dari hasil rata-rata jika prosedur ditetapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Ganjar & Rohman, 2007).

Keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi) dan dinyatakan sebagai keterulangan. Keterulangan adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama, pada kondisi yang sama, dan dalam interval waktu yang pendek. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (koefisien variasi) sebesar 2% atau kurang (Ganjar & Rohman, 2007).

2.7.3 Selektivitas

Selektivitas suatu metode adalah kemampuan dari metode tersebut untuk mengukur analit tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada di dalam matriks sampel. Selektivitas sering kali dinyatakan sebagai derajat penyimpangan metode yang dilakukan terhadap sampel dengan penambahan cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, atau senyawa asing lain ke dalamnya. Hasil dari sampel tersebut dibandingkan dengan hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan (Fifield & Kealey, 2000).

Jika cemaran dan hasil urai yang ditambahkan ke dalam sampel tidak tersedia, maka selektivitas dapat ditunjukkan dengan cara menganalisis sampel yang mengandung cemaran atau hasil urai dengan menggunakan metode tertentu

lalu dibandingkan dengan metode lain untuk pengujian kemurnian, seperti kromatografi (Fifield & Kealey, 2000).

2.7.4 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematika yang baik dan proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas dapat diperoleh dengan mengukur konsentrasi standar yang berbeda, minimal lima konsentrasi. Data yang diperoleh kemudian diproses menggunakan regresi linier, sehingga diperoleh nilai *slope*, intersep, dan koefisien korelasi. Nilai koefisien korelasi di atas 0,9990 sangat diharapkan untuk suatu metode analisis yang baik. Selain koefisien korelasi, simpangan baku residual (S_y) juga harus dihitung. Semua perhitungan matematika tersebut dapat diukur dengan menggunakan kalkulator atau perangkat lunak komputer (Anderson, 1999).

Syarat linearitas adalah sebagai berikut, (Burgess, 2000)

- Koefisien korelasi (r) $\geq 0,9990$
- Jumlah kuadrat sisa masing-masing titik temu (r_i) mendekati nol atau nilai $(r_i)^2$ sekecil mungkin ≈ 0

$$r_i = y_i - (bx_i + a) \quad (2.1)$$

- Koefisien fungsi regresi (V_{x_0})

Batas nilai V_{x_0} untuk sediaan farmasi dan sediaan biologi berbeda. Untuk sediaan farmasi, $V_{x_0} \leq 2,0\%$, sedangkan untuk sediaan biologi, $V_{x_0} \leq 5,0\%$.

- Kepekaan analisis ($\Delta y / \Delta x$)

$$\Delta y / \Delta x = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1} \approx \frac{y_3 - y_2}{x_3 - x_2} \approx \frac{y_4 - y_3}{x_4 - x_3} \approx \frac{y_n - y_{n-1}}{x_n - x_{n-1}} \quad (2.2)$$

2.7.5 Rentang

Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima (Burgess, 2000).

2.7.6 Batas Kuantitasi (LOQ) dan Batas Deteksi (LOD)

Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Batas deteksi adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih dapat dideteksi dan masih memberikan respon yang signifikan bila dibandingkan dengan blanko (Khopkar, 1990).

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 ($S_{y/x}$) (Khopkar, 1990).

Batas deteksi (LOD) dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{LOD} = \frac{3 S_{y/x}}{b} \quad (2.3)$$

Batas kuantitasi (LOQ) dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{LOQ} = \frac{10 S_{y/x}}{b} \quad (2.4)$$

2.7.7 Ketangguhan (*Ruggedness*)

Ketangguhan metode adalah derajat ketertiruan hasil uji yang diperoleh dari analisis sampel yang sama dalam berbagai kondisi uji normal, seperti laboratorium, analisis, instrumen, bahan pereaksi, suhu, hari yang berbeda, dan lain-lain. Ketangguhan biasanya dinyatakan sebagai tidak adanya pengaruh perbedaan operasi atau lingkungan kerja pada hasil uji (Burgess, 2000).

2.7.8 Kekuatan (*Robustness*)

Untuk validasi kekuatan suatu metode perlu dibuat perubahan metodologi yang kecil dan terus-menerus, mengevaluasi respon analitik, dan efek pada presisi dan akurasi. Identifikasi sekurang-kurangnya tiga faktor analisis yang dapat mempengaruhi hasil bila nanti diubah atau diganti (Burgess, 2000).

BAB 3 METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Kimia Kualitatif Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia dari bulan Februari 2011 sampai bulan Mei 2011.

3.2 Alat

Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA 6300), lampu katoda berongga timbal, tembaga, dan kadmium, timbangan analitik, *Microwave Digestion* (Milestone Start D), mikropipet (Socorex), kertas saring *Whatman* no.41, penangas listrik (Akebono), dan alat-alat gelas.

3.3 Bahan

Empat sampel tepung gandum, yaitu dua tepung gandum utuh, yaitu tepung gandum utuh impor dari Amerika Serikat dan Kanada; dan tepung terigu, yaitu tepung terigu impor dari Australia dan Turki, serbuk standar timbal (II) nitrat (Merck), serbuk standar tembaga (II) sulfat pentahidrat (Merck), serbuk standar kadmium sulfat hidrat (Merck), larutan asam nitrat pekat (Merck), larutan asam nitrat 0,1 N, dan *aquadest demineralisata*.

3.4 Cara Kerja

3.4.1 Pembuatan Larutan Induk

3.4.1.1 Larutan Induk Timbal 1000 ppm

Serbuk standar timbal (II) nitrat sebanyak 0,1605 gram ditimbang secara saksama kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, dilarutkan dengan 7 ml larutan asam nitrat pekat, dan ditambahkan 20 ml *aquadest demineralisata*. Setelah itu, diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas dan dikocok hingga homogen sehingga didapatkan larutan induk timbal 1000 ppm (Standar Nasional Indonesia, 2006).

3.4.1.2 Larutan Induk Tembaga 1000 ppm

Serbuk standar tembaga (II) sulfat pentahidrat ditimbang sebanyak 0,3926 gram secara saksama kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, dilarutkan dengan 7 ml larutan asam nitrat pekat, dan ditambahkan 20 ml *aquadest demineralisata*. Setelah itu, diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas. Larutan dikocok sampai homogen sehingga diperoleh larutan induk tembaga dengan konsentrasi 1001 ppm (Standar Nasional Indonesia, 2006).

3.4.1.3 Larutan Induk Kadmium 1000 ppm

Serbuk standar kadmium sulfat hidrat ditimbang sebanyak 0,2317 gram secara saksama kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, dilarutkan dengan 7 ml larutan asam nitrat pekat, dan ditambahkan 20 ml *aquadest demineralisata*. Setelah itu, diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas. Larutan dikocok sampai homogen sehingga diperoleh larutan induk kadmium dengan konsentrasi 1000 ppm (Standar Nasional Indonesia, 1998).

3.4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

3.4.2.1 Kurva Kalibrasi Timbal

Larutan induk timbal 1000 ppm dipipet sebanyak 10,0 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml. Larutan diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas kemudian dikocok hingga homogen sehingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 100 ppm.

Larutan 100 ppm dipipet masing-masing sebanyak 50,0 μ l; 100,0 μ l; 200,0 μ l; 500,0 μ l; 800,0 μ l; dan 1,0 ml. Masing-masing larutan dimasukkan ke dalam enam buah labu ukur 100,0 ml yang berbeda kemudian diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas dan dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 0,05 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,5 ppm; 0,8 ppm; dan 1 ppm (Standar Nasional Indonesia, 2006).

Larutan standar timbal pada masing-masing konsentrasi tersebut diukur serapannya dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang

gelombang 283,3 nm kemudian serapan yang diperoleh diplot ke dalam kurva kalibrasi.

3.4.2.2 Kurva Kalibrasi Tembaga

Larutan induk tembaga 1001 ppm dipipet sebanyak 10,0 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml. Larutan diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas dan dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 100,1 ppm.

Larutan 100 ppm dipipet masing-masing sebanyak 100,0 μ l; 500,0 μ l; 800,0 μ l; 1,0 ml; 2,0 ml; dan 3,0 ml. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml yang berbeda kemudian diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas dan dikocok homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 0,1001 ppm; 0,5005 ppm; 0,8008 ppm; 1,0010 ppm; 2,0020 ppm; dan 3,0030 ppm (Standar Nasional Indonesia, 2006).

Larutan standar tembaga pada masing-masing konsentrasi tersebut diukur serapannya dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 328,4 nm kemudian serapan yang diperoleh diplot ke dalam kurva kalibrasi.

3.4.2.3 Kurva Kalibrasi Kadmium

Larutan induk kadmium 1000 ppm dipipet sebanyak 1,0 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml. Larutan diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas dan dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 10,0 ppm.

Larutan 10,0 ppm dipipet masing-masing sebanyak 200,0 μ l; 400,0 μ l; 600,0 μ l; 800,0 μ l; 1,0 ml; dan 2,0 ml. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml yang berbeda kemudian diencerkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas dan dikocok homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 0,02 ppm; 0,04 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm; 0,1 ppm; dan 0,2 ppm (Standar Nasional Indonesia, 1998).

Larutan standar kadmium pada masing-masing konsentrasi tersebut diukur serapannya dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 228,8 nm kemudian serapan yang diperoleh diplot ke dalam kurva kalibrasi.

3.4.3 Validasi Metode Analisis

3.4.3.1 Uji Linearitas

Hasil plot kurva kalibrasi dihitung untuk mendapatkan faktor kelinearan garis, yaitu r , r_i , V_{xo} , dan $\Delta y/\Delta x$ (Burgess, 2000).

3.4.3.2 Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) diperoleh dari perhitungan persamaan kurva kalibrasi secara statistik. Rumus untuk perhitungannya adalah sebagai berikut:

$$\text{LOD} = \frac{3 S_{y/x}}{b} \quad (3.1)$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 S_{y/x}}{b} \quad (3.2)$$

nilai b dalam rumus tersebut merupakan nilai kemiringan (*slope*) dari persamaan kurva kalibrasi $y = bx + a$ dan $S_{y/x}$ diperoleh dengan menggunakan rumus sebagai berikut (Burgess, 2000):

$$S\left(\frac{y}{x}\right) = \frac{\sqrt{(\sum(y-y_i))^2}}{n-2} \quad (3.3)$$

3.4.3.3 Presisi

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

Untuk uji presisi timbal, tembaga, dan kadmium, sampel tepung gandum ditimbang seksama sebanyak 2,5 g lalu masukkan ke dalam bejana destruksi dan dibuat 3 kelompok kemudian ke dalam masing-masing kelompok ditambahkan perlahan-lahan 9 asam nitrat pekat (65%) dan diaduk homogen. Untuk timbal, secara berurutan ditambahkan 10,0 μl ; 50,0 μl ; dan 80,0 μl dari larutan standar

Universitas Indonesia

timbangan konsentrasi 100 ppm, pada tembaga ditambahkan 50,0 µl; 80,0 µl; dan 100,0 µl dari larutan standar tembaga konsentrasi 100,1 ppm, sedangkan untuk kadmium ditambahkan 20,0 µl; 60,0 µl; dan 100,0 µl dari larutan standar kadmium konsentrasi 10 ppm. Bejana dimasukkan ke dalam *protection shield* lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam *microwave* lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180 °C selama 25 menit dengan kekuatan 1000 watt. 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 larutan asam nitrat 0,1 N sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,1 ppm; 0,5 ppm; dan 0,8 ppm untuk timbal, pada tembaga didapatkan konsentrasi akhir 0,5005 ppm; 0,8008 ppm; dan 1,0010 ppm, sedangkan pada kadmium didapatkan konsentrasi akhir 0,02 ppm; 0,06 ppm; dan 0,1 ppm dan masing-masing dibuat enam kali ulangan (Association of Official Agricultural Chemists, 1998; ICH, 1996).

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

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (3.4)$$

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

3.4.3.4 Kecermatan atau Akurasi

Kecermatan dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK). Cara perolehan kembali yang digunakan adalah cara adisi. Untuk uji perolehan kembali timbal, tembaga, dan kadmium, sampel masing-masing ditimbang saksama 2,5 g ke dalam bejana destruksi dan dibuat empat kelompok kemudian masing-masing kelompok ditambahkan perlahan-lahan 9 ml larutan asam nitrat pekat (65%) dan diaduk homogen. Pada kelompok pertama, tidak ditambahkan larutan standar (berfungsi sebagai blangko). Pada kelompok kedua, ketiga, dan keempat timbal secara berurutan

Universitas Indonesia

ditambahkan 10,0 µl ; 50,0 µl; dan 80,0 µl dari larutan standar timbal konsentrasi 100 ppm, pada kelompok kedua, ketiga, dan keempat tembaga ditambahkan 50,0 µl; 80,0 µl; dan 100,0 µl dari larutan standar tembaga konsentrasi 100,1 ppm, sedangkan kelompok kedua, ketiga, dan keempat untuk kadmium ditambahkan 20,0 µl; 60,0 µl; dan 100,0 µl dari larutan standar kadmium konsentrasi 10 ppm. Bejana dimasukkan ke dalam *protection shield* lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam *microwave* lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180 °C selama 25 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 larutan asam nitrat 0,1 N sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,1 ppm; 0,5 ppm; dan 0,8 ppm untuk timbal, 0,5005 ppm; 0,8008 ppm; dan 1,0010 ppm untuk tembaga, dan 0,02 ppm; 0,06 ppm; dan 0,1 ppm untuk kadmium serta masing-masing dibuat enam kali ulangan (Association of Official Agricultural Chemists, 1998; ICH, 1996).

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

$$UPK = \frac{C_2 - C_1}{s} \times 100\% \quad (3.6)$$

Keterangan :

C₁ = kadar sampel yang tidak ditambah standar

C₂ = kadar sampel yang ditambah standar

S = kadar standar yang ditambahkan

3.4.4 Penyiapan Sampel

3.4.4.1 Pemilihan Sampel

Sampel yang digunakan adalah dua macam tepung gandum, yaitu tepung terigu dan tepung gandum utuh (*whole wheat flour*) yang diperoleh dari negara importir gandum, yaitu Australia, Kanada, Amerika Serikat, dan Turki.

3.4.4.2 Destruksi Sampel untuk Analisis Logam Timbal, Tembaga, dan Kadmium

Destruksi dilakukan dengan destruksi basah menggunakan alat *Microwave Digestion*. Tahapan destruksi adalah masing-masing sampel tepung gandum

ditimbang secara saksama 2,5 gram lalu masukkan ke dalam empat bejana destruksi berbeda. Larutan asam nitrat pekat sebanyak 9 ml ditambahkan ke dalam masing-masing bejana destruksi. Bejana tersebut dimasukkan ke dalam *protection shield*, lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam *Microwave Digestion*, lalu disambungkan dengan sensor suhu dan dipasang *rotor top plate*. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180°C selama 25 menit dengan kekuatan 1000 watt (Milestone, 2005). Setelah proses destruksi selesai, bejana dikeluarkan dan didinginkan sampai suhu kamar, kemudian bejana dibuka. Larutan hasil destruksi dari empat bejana destruksi tersebut disaring dengan menggunakan kertas saring *Whatman* no.41, lalu ditampung ke dalam labu ukur 10,0 ml dan dicukupkan dengan larutan asam nitrat 0,1 N sampai garis batas.

3.4.5 Penentuan Kadar Timbal, Tembaga, dan Kadmium dalam Sampel

3.4.5.1 Timbal

Pengukuran sampel dilakukan setelah pembuatan kurva kalibrasi dari larutan standar timbal dengan konsentrasi 0,05 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,5 ppm; 8 ppm; dan 1 ppm. Serapan sampel yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan konsentrasi timbal dalam sampel yang dapat dikonversi dan diketahui kadarnya.

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan ketentuan alat sebagai berikut:

- a. Panjang gelombang : 283,3 nm
- b. Gas pembakar : Asetilen
- c. Kecepatan alir gas pembakar : 2,0 liter/menit
- d. Gas pengoksida : Udara
- e. Kecepatan alir gas pengoksida: 15,0 liter/menit
- f. Tinggi Burner : 7 mm

3.4.5.2 Tembaga

Pengukuran sampel dilakukan setelah pembuatan kurva kalibrasi dari larutan standar tembaga dengan konsentrasi 0,1001 ppm; 0,5005 ppm; 0,8008

ppm; 1,0010 ppm; 2,0020 ppm; dan 3,0030 ppm. Serapan sampel yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan konsentrasi tembaga dalam sampel yang dapat dikonversi dan diketahui kadarnya.

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan ketentuan alat sebagai berikut:

- a. Panjang gelombang : 324,8 nm
- b. Gas pembakar : Asetilen
- c. Kecepatan alir gas pembakar : 1,8 liter/menit
- d. Gas pengoksida : Udara
- e. Kecepatan alir gas pengoksida: 15,0 liter/menit
- f. Tinggi burner : 7 mm

3.4.5.3 Kadmium

Pengukuran sampel dilakukan setelah pembuatan kurva kalibrasi dari larutan standar kadmium dengan konsentrasi 0,02 ppm; 0,04 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm; 0,1 ppm dan 0,2 ppm. Serapan sampel yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan konsentrasi kadmium dalam sampel yang dapat dikonversi dan diketahui kadarnya.

Pengukuran dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan ketentuan alat sebagai berikut:

- a. Panjang gelombang : 228,8 nm
- b. Gas pembakar : Asetilen
- c. Kecepatan alir gas pembakar : 1,8 liter/menit
- d. Gas pengoksida : Udara
- e. Kecepatan alir gas pengoksida: 15,0 liter/menit
- f. Tinggi burner : 7 mm

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis dan menentukan kadar cemaran logam timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) pada tepung gandum utuh dan tepung terigu sehingga dapat diketahui kelayakan kedua jenis tepung tersebut untuk dikonsumsi manusia. Kelayakan tepung terigu dan tepung gandum utuh untuk dikonsumsi mengacu pada batas aman (batas maksimum cemaran) logam berat yang tercantum pada Standardisasi Nasional Indonesia (SNI) yang ditetapkan oleh Badan Standardisasi Nasional (BSN). Sampel yang digunakan adalah dua jenis tepung gandum, yaitu tepung terigu dan tepung gandum utuh (*whole wheat flour*) yang berasal dari negara importir yang berbeda. Tepung terigu yang digunakan berasal dari Australia dan Turki sedangkan tepung gandum utuh yang digunakan sebagai sampel berasal dari Kanada dan Amerika Serikat. Tepung gandum utuh dan tepung terigu dipilih sebagai sampel untuk penelitian karena masyarakat Indonesia cenderung sangat menyukai produk olahan tepung gandum, seperti mie instan, roti, dan biskuit sehingga impor tepung gandum semakin meningkat (Nurmala, 1990).

Penetapan kadar cemaran logam timbal, tembaga, dan kadmium dalam tepung gandum dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom karena waktu pengerjaan yang cepat, sensitif, dan sangat spesifik untuk unsur yang akan dianalisis (Haris & Gunawan, 1992). Tahapan-tahapan yang dilakukan untuk menganalisis dan menetapkan kadar cemaran logam dalam tepung gandum dimulai dengan pembuatan larutan induk timbal, tembaga, dan kadmium; pembuatan larutan standar dan kurva kalibrasi; destruksi sampel; validasi metode; dan pengukuran konsentrasi logam di dalam sampel.

4.1 Pembuatan Larutan Induk

Larutan induk timbal dibuat dari 0,1605 g serbuk timbal (II) nitrat yang dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, dilarutkan dengan 7 ml asam nitrat pekat, dan diencerkan dengan *aqua demineralisata*. Jumlah serbuk timbal (II) nitrat ditimbang sebanyak 0,1605 g dengan mempertimbangkan adanya konversi berat molekul timbal (II) nitrat, timbal (Pb), dan kadar yang tertera pada sertifikat

analisis. Hasil konversi menunjukkan bahwa dalam 0,1605 g serbuk timbal (II) nitrat terkandung 0,1 g logam timbal (Pb) sehingga setelah dilarutkan dengan asam nitrat pekat dan diencerkan dengan *aqua demineralisata* dalam labu ukur 100,0 ml, diperoleh larutan induk timbal dengan konsentrasi 1000 ppm.

Larutan induk tembaga dibuat dari 0,3926 g serbuk tembaga (II) sulfat pentahidrat yang dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, dilarutkan dengan 7 ml asam nitrat pekat, dan diencerkan dengan *aqua demineralisata*. Jumlah serbuk tembaga (II) sulfat ditimbang sebanyak 0,3926 g dengan mempertimbangkan adanya konversi berat molekul tembaga (II) sulfat, logam tembaga (Cu), dan kadar yang tertera pada sertifikat analisis. Hasil konversi menunjukkan bahwa dalam 0,3926 g serbuk tembaga (II) sulfat pentahidrat terkandung 0,1001 g logam Cu sehingga setelah dilarutkan dengan asam nitrat pekat, dan diencerkan dengan *aqua demineralisata* dalam labu ukur 100,0 ml, diperoleh larutan induk tembaga dengan konsentrasi 1001 ppm.

Larutan induk kadmium dibuat dari serbuk kadmium sulfat hidrat yang dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, dilarutkan dengan asam nitrat pekat dan diencerkan dengan *aqua demineralisata*. Serbuk ditimbang sebanyak 0,2317 g, lalu. Jumlah serbuk kadmium sulfat hidrat ditimbang sebanyak 0,2317 g dengan mempertimbangkan adanya konversi berat molekul kadmium sulfat hidrat, kadmium (Cd), dan kadar yang tertera pada sertifikat analisis. Hasil konversi menunjukkan bahwa dalam 0,2317 g serbuk kadmium sulfat hidrat terkandung 0,1 g logam kadmium (Cd) sehingga setelah dilarutkan dengan asam nitrat pekat dan diencerkan dengan *aqua demineralisata* dalam labu ukur 100,0 ml dan diperoleh larutan induk kadmium dengan konsentrasi 1000 ppm.

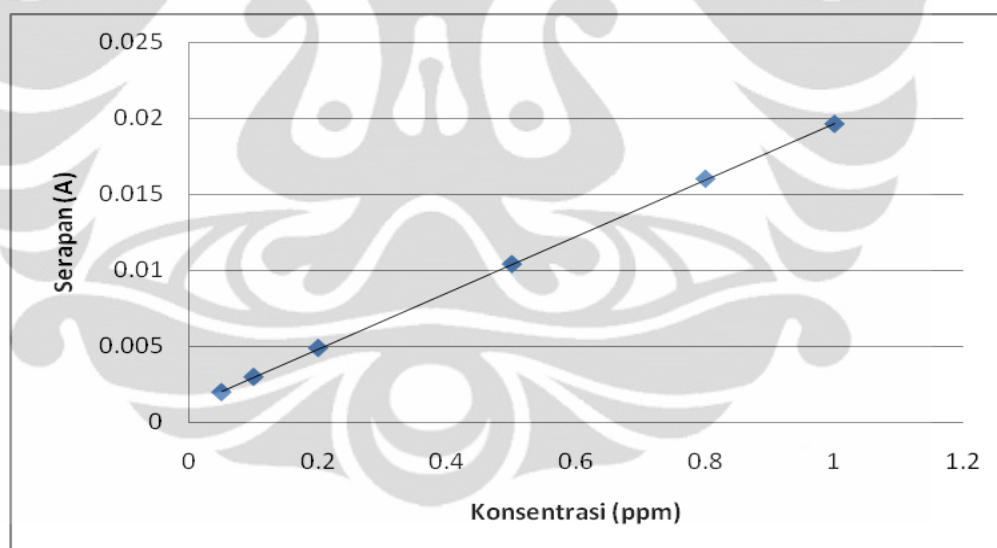
4.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pembuatan kurva kalibrasi diawali dengan pembuatan larutan standar timbal, tembaga, dan kadmium. Untuk mendapatkan konsentrasi yang diinginkan, dilakukan pengenceran dari larutan induk masing-masing logam dengan teliti dan hati-hati. Selain karena logam timbal, tembaga, dan kadmium berbahaya bagi tubuh, pengenceran dilakukan dengan hati-hati dan teliti untuk menghindari kesalahan dalam pengenceran.

Kurva kalibrasi timbal yang dibuat dengan 6 konsentrasi, yaitu 0,05 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,5 ppm; 0,8 ppm; dan 1,0 ppm mempunyai persamaan garis linear yang diperoleh adalah $y = 0,0011417 + 0,01851x$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999.

Tabel 4.1 Kurva Kalibrasi Timbal

| Konsentrasi (ppm) | Serapan |
|-------------------|---------|
| 0,05 | 0,0020 |
| 0,1 | 0,0030 |
| 0,2 | 0,0049 |
| 0,5 | 0,0104 |
| 0,8 | 0,0160 |
| 1,0 | 0,0196 |

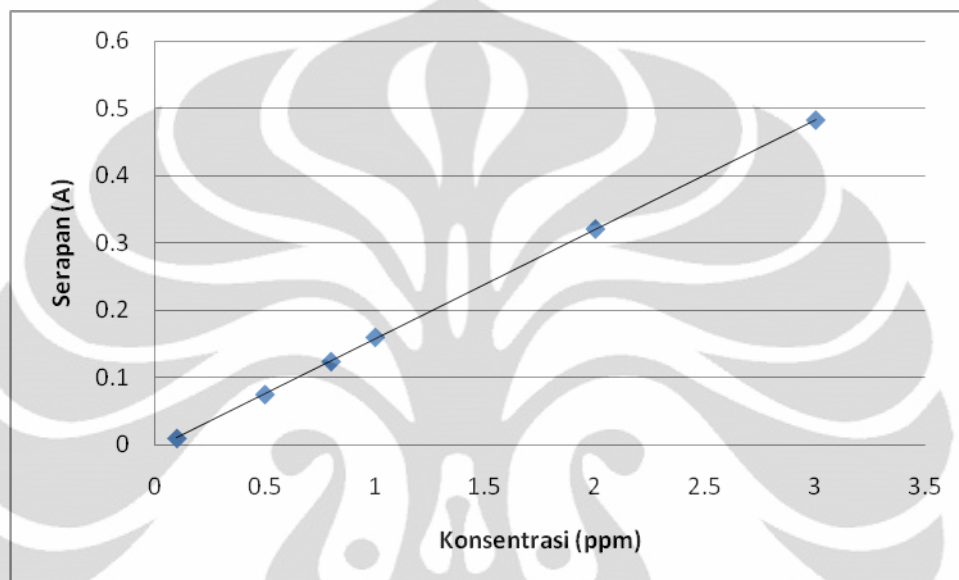


Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Timbal

Kurva kalibrasi tembaga yang dibuat dengan 6 konsentrasi, yaitu 0,1001 ppm; 0,5005 ppm; 0,8008 ppm; 1,0010 ppm; 2,0020 ppm; dan 3,0030 ppm mempunyai persamaan garis linear yang diperoleh adalah $y = -0,006126 + 0,163183602x$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999.

Tabel 4.2 Kurva Kalibrasi Tembaga

| Konsentrasi (ppm) | Serapan |
|-------------------|---------|
| 0,1001 | 0,0102 |
| 0,5005 | 0,0752 |
| 0,8008 | 0,1241 |
| 1,0010 | 0,1575 |
| 2,0020 | 0,3207 |
| 3,0030 | 0,4831 |

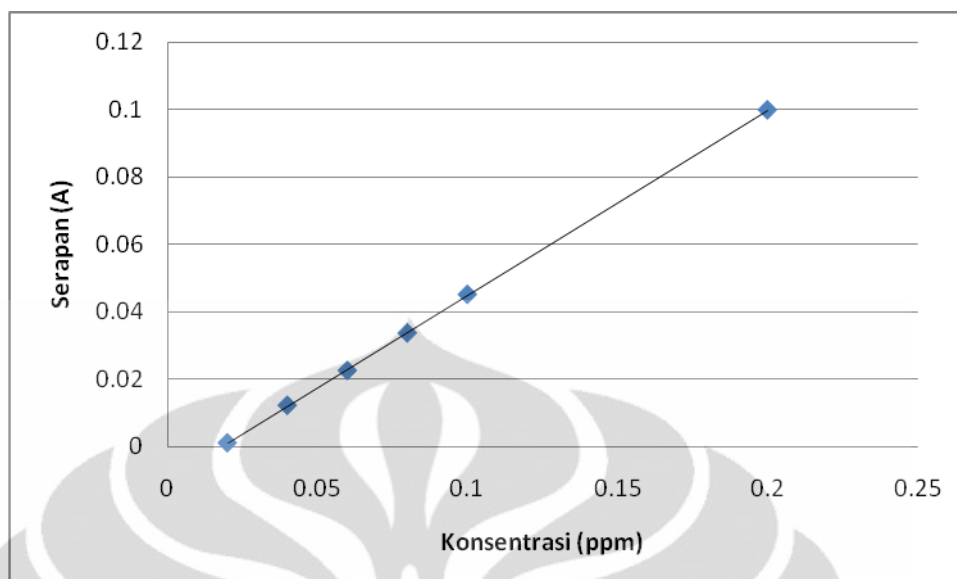


Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Tembaga

Kurva kalibrasi kadmium yang dibuat dengan 6 konsentrasi, 0,02 ppm; 0,04 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm; 0,1 ppm; dan 0,2 ppm mempunyai persamaan garis linear yang diperoleh adalah $y = -0,00989 + 0,548082x$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999.

Tabel 4.3 Kurva Kalibrasi Kadmium

| Konsentrasi (ppm) | Serapan |
|-------------------|---------|
| 0,02 | 0,0013 |
| 0,04 | 0,0124 |
| 0,06 | 0,0223 |
| 0,08 | 0,0337 |
| 0,1 | 0,0452 |
| 0,2 | 0,0998 |



Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Kadmium

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, seperti r , $(r_i)^2$, V_{x0} , dan $\Delta y/\Delta x$. Kurva kalibrasi timbal memiliki persamaan garis linear $y = 0,0011417 + 0,01851x$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999; kurva kalibrasi tembaga memiliki persamaan garis linear $y = -0,006126 + 0,163183602x$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999; kurva kalibrasi kadmium memiliki persamaan garis linear $y = -0,00989 + 0,548082x$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9999. Hasil koefisien korelasi (r) yang diperoleh dari ketiga kurva kalibrasi tersebut dapat dikatakan memenuhi syarat kelinearan garis dimana $r \geq 0,9990$. Selain r , nilai V_{x0} , $(r_i)^2$, dan $\Delta y/\Delta x$ juga dihitung untuk uji linearitas.

Jumlah kuadrat sisa masing-masing titik temu $(r_i)^2$ dari kurva kalibrasi timbal, tembaga, dan kadmium memiliki nilai yang sangat kecil, yaitu mendekati

0. Hal ini memenuhi syarat kelinearan garis, yaitu nilai $(r_i)^2$ sekecil mungkin atau mendekati 0. Untuk nilai V_{x0} dari kurva kalibrasi timbal diperoleh hasil 1,05%, V_{x0} dari kurva kalibrasi tembaga 0,21%, sedangkan V_{x0} dari kurva kalibrasi kadmium diperoleh hasil 0,99%. Nilai-nilai tersebut memenuhi syarat kelinearan garis, yaitu $V_{x0} \leq 2\%$. Syarat kelinearan garis yang terakhir adalah nilai $\Delta y/\Delta x$ yang menunjukkan kepekaan analisis dari metode yang digunakan. Nilai $\Delta y/\Delta x$ yang dihasilkan memiliki nilai yang mendekati satu sama lain, sehingga nilai $\Delta x/\Delta y$ tersebut memenuhi syarat kelinearan garis. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.7 untuk timbal; Tabel 4.23 untuk tembaga; dan Tabel 4.39 untuk kadmium.

4.3.2 Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ)

Penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) dari logam timbal, tembaga, dan kadmium didapatkan dengan menggunakan perhitungan statistik. Nilai LOD dan LOQ untuk logam timbal berturut-turut adalah 0,0092 ppm dan 0,0307 ppm, untuk tembaga adalah 0,0076 ppm dan 0,0254 ppm, sedangkan untuk logam kadmium adalah 0,0025 ppm dan 0,0083 ppm. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa batas deteksi dan batas kuantitasi timbal (Pb), tembaga (Cu), dan kadmium (Cd) lebih rendah dari konsentrasi terendah yang digunakan untuk kurva kalibrasi, yaitu 0,05 ppm untuk timbal; 0,1 ppm untuk tembaga; dan 0,02 ppm untuk kadmium. Dengan demikian, persyaratan uji sensitivitas terpenuhi karena pada setiap konsentrasi pengukuran, respon yang diberikan masih signifikan, dan memberikan hasil yang tergolong cermat dan seksama. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.8 untuk logam timbal, Tabel 4.24 untuk logam tembaga, dan Tabel 4.40 untuk logam kadmium.

4.3.3 Uji Presisi

Presisi atau keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Uji dilakukan pada tiga konsentrasi, yaitu rendah, sedang, dan tinggi. Hasil dinyatakan memenuhi syarat apabila koefisien variasi (KV) $\leq 2,0\%$. Uji presisi dilakukan pada dua sampel tepung gandum, yaitu tepung terigu Turki dan tepung gandum utuh Amerika Serikat.

Tabel 4.4 Hasil Uji Presisi Timbal, Tembaga, dan Kadmium dengan Berbagai Konsentrasi pada Tepung Terigu Turki dan Tepung Gandum Utuh AS

| Sampel | Logam | Konsentrasi (ppm) | Simpangan Baku (SD) | Koefisien Variasi (KV) (%) |
|---------------------|-----------------------|-------------------|---------------------|----------------------------|
| Tepung Terigu Turki | Timbal | 0,05 | 0,0067 | 6,92 |
| | | 0,1 | 0,0028 | 1,79 |
| | | 0,5 | 0,0040 | 0,73 |
| | | 0,8 | 0,0153 | 1,76 |
| | Tembaga | 0,1001 | 0,0167 | 2,27 |
| | | 0,5005 | 0,0112 | 0,98 |
| | | 0,8008 | 0,0012 | 0,08 |
| | | 1,0010 | 0,0014 | 0,86 |
| | Kadmium | 0,02 | 0,0003 | 0,58 |
| | | 0,06 | 0,0009 | 1,03 |
| | | 0,1 | 0,0002 | 0,17 |
| | Tepung Gandum Utuh AS | Timbal | 0,1 | 0,0030 |
| 0,5 | | | 0,0088 | 1,34 |
| 0,8 | | | 0,0071 | 0,73 |
| Tembaga | | 0,5005 | 0,0098 | 0,52 |
| | | 0,8008 | 0,0011 | 0,05 |
| | | 1,0010 | 0,0166 | 0,70 |
| Kadmium | | 0,02 | 0,0002 | 0,37 |
| | | 0,06 | 0,0003 | 0,28 |
| | | 0,1 | 0,0001 | 0,10 |

Uji presisi timbal untuk konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi dilakukan pada konsentrasi 0,1 ppm; 0,5 ppm; dan 0,8 ppm karena pada uji presisi timbal konsentrasi 0,05 ppm sebagai konsentrasi rendah memiliki koefisien variasi (KV) tidak memenuhi syarat, yaitu sebesar 6,92 %. Kesulitan ini disebabkan karena serapan yang dihasilkan oleh standar timbal konsentrasi 0,05 ppm sangat kecil, yaitu 0,0020. Konsentrasi 0,05 ppm tidak dapat menghasilkan presisi yang baik karena pembacaan serapan oleh alat hanya sampai pada angka keempat di belakang koma dimana angka ini dapat merupakan hasil pembulatan ke atas ataupun pembulatan ke bawah dari angka di belakangnya sehingga kurang akurat. Sedikit saja perbedaan serapan yang terukur, maka konsentrasinya akan langsung menunjukkan perbedaan yang signifikan sehingga koefisien variasi sangat besar dan tidak memenuhi syarat. Data untuk uji presisi timbal konsentrasi 0,05 ppm dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Solusi yang dapat diambil adalah dengan menggunakan satu konsentrasi di atas 0,05 ppm pada kurva kalibrasi timbal, yaitu konsentrasi 0,1 ppm sebagai konsentrasi rendah untuk uji presisi. Konsentrasi 0,1 ppm sebagai konsentrasi rendah untuk uji presisi dapat digunakan karena masih lebih rendah dari konsentrasi batas cemaran timbal yang diizinkan dalam sampel, yaitu 0,275 ppm.

Hasil nilai KV pada tepung terigu Turki dan tepung gandum utuh AS dengan konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi berturut-turut selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.10, Tabel 4.11, Tabel 4.12, Tabel 4.13, Tabel 4.14, dan Tabel 4.15. Dengan demikian, uji presisi untuk timbal telah memenuhi syarat, yaitu $KV \leq 2,0 \%$.

Uji presisi tembaga untuk konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi dilakukan pada konsentrasi 0,5005 ppm; 1,0010 ppm; dan 3,0030 ppm karena pada uji presisi tembaga juga ditemui kesulitan yang sama seperti timbal saat uji pada konsentrasi rendah, yaitu 0,1001 ppm dengan KV yang tidak memenuhi syarat, yaitu 2,27 % sehingga solusi yang diambil adalah menggunakan satu konsentrasi di atas 0,1001 ppm pada kurva kalibrasi tembaga, yaitu konsentrasi 0,5005 ppm sebagai konsentrasi rendah untuk uji presisi. Konsentrasi 0,5005 ppm sebagai konsentrasi rendah untuk uji presisi tembaga dapat digunakan karena masih lebih rendah dari konsentrasi batas cemaran tembaga yang diizinkan dalam sampel, yaitu 2,5 ppm. Data untuk uji presisi tembaga konsentrasi 0,1001 ppm dapat dilihat selengkapnya pada Tabel 4.25.

Hasil Nilai KV tembaga pada tepung terigu Turki dan tepung gandum utuh AS dengan konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi berturut-turut selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.26, Tabel 4.27, Tabel 4.28, Tabel 4.29, Tabel 4.30, dan Tabel 4.31. Dengan demikian, uji presisi untuk tembaga telah memenuhi syarat, yaitu $KV \leq 2,0 \%$.

Uji presisi kadmium dilakukan pada larutan konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi, yaitu 0,02 ppm; 0,06 ppm; dan 0,2 ppm. Hasil nilai KV kadmium pada tepung terigu Turki dan tepung gandum utuh AS dengan konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi berturut-turut selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.41, Tabel 4.42, Tabel 4.43, Tabel 4.44, Tabel 4.45, dan Tabel 4.46. Dengan demikian, uji presisi untuk kadmium telah memenuhi syarat, yaitu $KV \leq 2,0 \%$.

4.3.4 Kecermatan

Untuk uji akurasi, dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK). UPK dilakukan pada dua sampel tepung gandum, yaitu tepung terigu Turki dan tepung gandum utuh Amerika Serikat. UPK yang digunakan adalah metode adisi, yaitu dilakukan penambahan larutan standar pada tiga konsentrasi, yaitu konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi.

Tabel 4.5 Tabel Hasil UPK Rata-rata Timbal, Tembaga, dan Kadmium dengan Berbagai Konsentrasi pada Sampel Tepung Terigu Turki dan Tepung Gandum Utuh AS

| Sampel | Logam | Konsentrasi (ppm) | UPK rata-rata (%) |
|-----------------------|---------|-------------------|-------------------|
| Tepung Terigu Turki | Timbal | 0,1 (rendah) | 98,63 |
| | | 0,5 (sedang) | 99,19 |
| | | 0,8 (tinggi) | 100,51 |
| | Tembaga | 0,5005 (rendah) | 100,70 |
| | | 0,8008 (sedang) | 100,08 |
| | | 1,0010 (tinggi) | 98,94 |
| | Kadmium | 0,02 (rendah) | 98,10 |
| | | 0,06 (sedang) | 99,26 |
| | | 0,01 (tinggi) | 98,87 |
| Tepung Gandum Utuh AS | Timbal | 0,1 (rendah) | 99,60 |
| | | 0,5 (sedang) | 99,05 |
| | | 0,8 (tinggi) | 100,45 |
| | Tembaga | 0,5005 (rendah) | 98,35 |
| | | 0,8008 (sedang) | 100,26 |
| | | 1,0010 (tinggi) | 98,32 |
| | Kadmium | 0,02 (rendah) | 97,99 |
| | | 0,06 (sedang) | 98,27 |
| | | 0,01 (tinggi) | 98,59 |

Hasil UPK rata-rata untuk logam timbal, tembaga, dan kadmium berada dalam rentang 98-102%, tetapi untuk konsentrasi rendah masing-masing pada logam timbal, tembaga, dan kadmium terdapat hasil UPK yang bernilai lebih kecil dari 98% dan lebih besar dari 102%. Hal ini dikarenakan konsentrasi standar sangat rendah, sehingga perbedaan serapan sedikit memberikan perbedaan hasil konsentrasi yang signifikan. Tetapi, hasil UPK tersebut masih dapat diterima karena semakin kecil jumlah analit dalam matriks, semakin besar rentang kesalahan yang diijinkan. Hal ini dapat dilihat pada Tabel 4.16 untuk timbal 0,1 ppm pada tepung terigu Turki dan Tabel 4.19 pada tepung gandum utuh AS; Tabel 4.32 untuk tembaga 0,5005 ppm pada tepung terigu Turki dan Tabel 4.35 untuk tembaga 0,5005 ppm pada tepung gandum utuh AS; dan Tabel 4.47 untuk kadmium 0,02 ppm pada tepung terigu Turki dan Tabel 4.50 untuk kadmium 0,02 ppm pada tepung gandum utuh AS. Faktor yang mungkin menyebabkan hasil UPK bernilai lebih kecil dari 98% dan lebih besar dari 102%, yaitu:

1. Pembilasan terhadap kertas saring Whatman No. 41 dan bejana destruksi tidak sempurna sehingga terdapat sisa hasil destruksi yang masih tertinggal.
2. Penambahan larutan standar yang tidak akurat
3. Penimbangan sampel yang kurang saksama
4. Kesalahan dalam mencukupkan volume sampel yang telah didestruksi dalam labu ukur sehingga menghasilkan konsentrasi dan absorbansi yang berbeda.

Hasil UPK timbal pada sampel tepung terigu Turki dan tepung gandum utuh AS selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.16, Tabel 4.17, Tabel 4.18, Tabel 4.19, Tabel 4.20, dan Tabel 4.21; hasil UPK logam tembaga pada tepung terigu Turki dan tepung gandum utuh AS selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.32, Tabel 4.33, Tabel 4.34, Tabel 4.35, Tabel 4.36, dan Tabel 4.37; dan hasil UPK logam kadmium pada sampel tepung terigu Turki dan tepung gandum utuh AS selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.47, Tabel 4.48, Tabel 4.49, Tabel 4.50, Tabel 4.51, dan Tabel 4.52.

4.4 Pemilihan dan Penyiapan Sampel

Sampel yang digunakan adalah tepung gandum sebanyak dua jenis dari negara importir yang berbeda untuk masing-masing jenisnya, yaitu dua tepung

gandum utuh, yaitu tepung gandum utuh impor dari Amerika Serikat dan Kanada; dan tepung terigu, yaitu tepung terigu impor dari Australia dan Turki. Gambar sampel dapat dilihat pada Gambar 4.4 untuk tepung terigu dan Gambar 4.5 untuk tepung gandum utuh. Sampel-sampel tersebut dipilih karena sampel-sampel tersebut merupakan tepung gandum yang sebagian besar beredar di Indonesia (Nurmala, 1999). Cara penyiapan sampel adalah dengan menimbang sampel sebanyak 2,5 g kemudian sampel didestruksi. Cara destruksi sampel adalah destruksi basah dengan menggunakan asam nitrat pekat dan dengan bantuan alat, yaitu *Microwave Digestion System* seperti pada Gambar 4.9. Tujuan dari proses destruksi ini adalah untuk menghancurkan materi organik dan mengubah sampel dari bentuk serbuk menjadi bentuk larutan sehingga dapat dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom. Gambar spektrofotometri yang digunakan untuk analisis dapat dilihat pada Gambar 4.7 dan Gambar 4.8 untuk masing-masing unitnya.

Sesuai kapasitas alat, sampel ditimbang $\pm 2,5$ g dan dimasukkan ke dalam bejana destruksi, lalu ditambahkan 9 ml asam nitrat pekat, ditutup dengan *protection shield*, dan didestruksi pada suhu 180 °C selama 25 menit. Gambar komponen bejana dalam *Microwave Digestion System* dapat dilihat pada Gambar 4.10. Hasil destruksi yang diperoleh berupa larutan jernih berwarna kuning muda. Larutan hasil destruksi ini kemudian disaring dengan kertas saring Whatman no. 41 dan diencerkan dengan *aqua demineralisata* dalam labu ukur 10,0 ml. Destruksi sampel dilakukan sebanyak tiga kali ulangan. Contoh larutan hasil destruksi dapat dilihat pada Gambar 4.6.

4.5 Penetapan Kadar Timbal, Tembaga, dan Kadmium pada Sampel

Tabel 4.6 Hasil Penetapan Kadar Timbal, Tembaga, dan Kadmium Rata-rata pada Sampel Tepung Gandum

| Jenis Tepung | Importir | Kadar timbal rata-rata (mg/kg) | Kadar tembaga rata-rata (mg/kg) | Kadar kadmium rata-rata (mg/kg) |
|--------------|-----------|--------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|
| Terigu | Australia | 0,3151 | 1,3641 | 1,2640 |
| | Turki | 0,2216 | 2,5427 | 0,1045 |
| Gandum Utuh | USA | 0,7111 | 5,5128 | 0,1618 |
| | Kanada | 0,3872 | 3,4577 | 0,1375 |

Logam timbal, tembaga, dan kadmium terdeteksi pada keempat sampel yang dianalisis dengan kadar yang berbeda-beda. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.22 untuk timbal; Tabel 4.38 untuk tembaga; dan Tabel 4.53 untuk kadmium.

Dari keempat sampel tepung gandum yang dianalisis tidak ditemukan kadar timbal, tembaga, dan kadmium yang melebihi batas maksimum cemaran makanan yang ditetapkan dalam SNI 01-3751-2006 di mana batas maksimum cemaran logam berat timbal, tembaga, dan kadmium pada tepung terigu dan olahannya secara berturut-turut adalah 1,10 mg/kg; 10 mg/kg; dan 0,2 mg/kg sehingga masih layak untuk dikonsumsi.

Terdeteksinya logam timbal dan kadmium di dalam tepung gandum dikatakan sebagai kontaminasi makanan karena timbal dan kadmium merupakan logam yang berbahaya bagi tubuh. Logam timbal dan kadmium terdapat di dalam tepung gandum dapat terjadi karena adanya cemaran yang pada biji gandum bahan baku tepung gandum. Adanya cemaran logam timbal pada biji gandum dapat terjadi pencemaran tanah oleh kendaraan bermotor juga akibat penggunaan alat-alat produksi tepung gandum yang berbahan logam sehingga dapat terjadi migrasi timbal ke dalam produk tepung gandum (Verloo, 1993) sedangkan adanya cemaran logam kadmium mungkin disebabkan oleh penggunaan pupuk fosfat yaitu pupuk TSP mengandung cemaran logam kadmium (Cd) yang dapat mencemari tanah (Roechan, 1982).

Berbeda dengan timbal dan kadmium, tembaga merupakan logam yang cukup dibutuhkan dalam tubuh dalam kadar tertentu, tetapi jika kadarnya di atas batas yang ditentukan, tembaga dapat dinyatakan cemaran juga. Cemaran logam tembaga yang terdapat dalam tepung gandum, baik tepung terigu maupun tepung gandum utuh diduga berasal dari cemaran pada biji gandum. Biji gandum dapat tercemar oleh logam tembaga karena terjadi pencemaran tanah oleh penggunaan fungisida bubuk "*Bordeaux*" yang mengandung 1-3% CuSO_4 untuk membasmi jamur pada sayur dan tumbuhan buah. Senyawa CuSO_4 juga sering digunakan untuk membasmi siput sebagai inang dari parasit, cacing, dan juga mengobati penyakit kuku pada domba (Pears, 2005).

Tepung gandum utuh mengandung kadar logam timbal, tembaga, dan kadmium lebih banyak daripada tepung terigu. Hal ini diduga karena tepung gandum utuh terbuat dari seluruh bagian biji gandum utuh, yaitu bagian endosperma, *bran* (kulit ari), dan lembaga biji gandum sedangkan tepung terigu hanya terbuat dari endosperma biji gandum sehingga kandungan logam timbal, tembaga, dan kadmium pada tepung gandum utuh lebih banyak daripada tepung terigu.

BAB 5 KESIMPULAN

1. Cemaran timbal, tembaga, dan kadmium ditemukan pada keempat sampel tepung gandum yang dianalisis, yaitu tepung terigu yang berasal dari Turki dan Australia dan tepung gandum utuh yang berasal dari Amerika Serikat dan Kanada. Kadar cemaran logam pada tepung terigu lebih kecil dibandingkan dengan tepung gandum utuh. Kadar logam timbal rata-rata pada tepung gandum yang dianalisis adalah 0,3151 mg/kg dan 0,2216 mg/kg untuk tepung terigu Turki dan Australia serta 0,7111 mg/kg dan 0,3872 mg/kg untuk tepung gandum utuh AS dan Kanada. Kadar logam tembaga rata-rata pada sampel terigu Turki dan Australia serta tepung gandum utuh AS dan Kanada adalah 1,3641mg/kg; 2,5427 mg/kg; 5,5128 mg/kg; dan 3,4577 mg/kg. Untuk logam kadmium, kadar rata-rata pada sampel terigu Turki dan Australia serta tepung gandum utuh AS dan Kanada adalah 1,2640 mg/kg; 0,1045 mg/kg; 0,1618mg/kg; dan 0,1375 mg/kg.
2. Berdasarkan Standar Nasional Indonesia 01-3751-2006, tepung gandum yang dianalisis, baik tepung terigu maupun tepung gandum utuh layak dikonsumsi karena kadar cemaran logam timbal, tembaga, dan kadmiumnya masih di bawah batas aman yang telah ditentukan, yaitu 1,1mg/kg; 10 mg/kg; dan 0,2 mg/kg.

DAFTAR ACUAN

- Anderson, K. (1999). *Analytical Techniques for Inorganic Contaminants*. Gaithersburg : AOAC International.
- Association of Official Agricultural Chemists. (1998). *Peer-verified Methods Program : Manual on Policies and Procedures*. 22 Maret 2010. <http://aoac.org/vmeth/PVM.pdf>.
- Burgess, C. (2000). *Valid Analytical Methods and Procedures*. UK: The Royal Society of Chemistry.
- Cahyady, B. (2009). *Studi Tentang Kesensitifan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Teknik Vapour Hydride Generation Accessories (VHGA) Dibandingkan dengan SSA Nyala pada Analisa Unsur Arsen (As) yang Terdapat dalam Air Minum*. 21 Maret 2010. Universitas Sumatera Utara. <http://repository.usu.ac.id/bitstream/123456789/5917/1/09E02215.pdf>.
- Cantle, J. (1982). *Atomic Absorption Spectrometry*. Vol. 5. Netherland: Elsevier Scientific Publishing.
- Christian., G. D. (1994). *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy*. United State of America : The Perkin-Elmer Corporation.
- Dahuri, R. (1996). *Bahaya Logam Berat dalam Makanan*. Jakarta: Pradnya Paramita.
- Darmono. (1995). *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-Press.
- Ebdon, L. (1998). *An Introduction to Analytical Atomic Spectrometry*. UK: University of Plymouth.
- Fifield, F. W., & Kealey, D. (2000). *Principles and Practice of Analytical Chemistry*. London: University of Kingston.
- Ganiswara, G.(1995). *Farmakologi dan Terapi ed. 4*. Jakarta: Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia.
- Ganjar, G. & Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gayer, R. A. (1986). *Toxic Effects of Metal*. New York: Mac Millan Publishing.

- Haris, A. & Gunawan. (1992). *Prinsip Dasar Spektrofotometri Atom*. Semarang : Badan Pengelola MIPA-UNDIP, 55-64.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. 1 No. 3, 117-135.
- Homan & Brogan, G. X. (1993). *Lead Toxicity : Handbook of Medical Toxicology 1st edition*. Boston : Little & Brown.
- Horwitz, W. (1975). *Official Methods of Association of Officials Analytical Chemistry*. 12th ed. New York: McGraw-Hill.
- ICH. (1996). *International Conference on Harmonization (ICH) of Technical Requirements for The Registration of Pharmaceuticals for Human Use : Validation of Analytical Procedures*. Geneva : ICH.
- Ingle, J. D., & Crouch, S. R. (1988). *Spectrochemical Analysis*. New Jersey: Prentice-Hall International.
- Jose, A. (2002). *Analytical Atomic Spectrometry with Flames and Plasmas*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Khopkar, S. M. (1990). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Maria, S. (2009). *Penentuan Kadar Logam Berat Besi (Fe) dalam Tepung Gandum dengan Cara Dekstruksi Basah dan Dekstruksi Kering dengan Spektrofotometri Serapan Atom sesuai Standar Nasional Indonesia (SNI) 01-3751-2006*. Medan: Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
- McGrath, A. (1999). *Lead and Cadmium as Contaminants in U.K. Wheat and Barley*. *Agronomy Journal*, 129-145.
- Miller, D. D. and Rutzke, M. A. (2003). *Atomic Absorption and Emission Spectroscopy in Food Analysis 3rd edition*. Purdue University West Lafayette, Indiana. Springer, New York.
- Milestone. (2005). *Digestion cookbook : Application notes for digestion*. Microwave Laboratory System.
- Muchtadi, D. (1995). *Teknologi dan Mutu Bahan Makanan Kaleng*. Jakarta: Pustaka Sinar Harapan.

- Mukono, J., Koeswadji, H., Sugijanto, & Laksmiawati, E. (1991). *Laporan Penelitian: Status Kesehatan dan Kadar Pb (timah hitam) Darah pada Karyawan SPBU di Jawa Timur*. Lembaga Penelitian Universitas Airlangga.
- Mulja, M. & Suharman. (1997). *Analisis Instrumental*. Surabaya: Universitas Airlangga Press.
- Nurmala, T. (1990). *Budidaya Tanaman Gandum dan Tepung Gandum*. Bandung: Karya Nusantara Jakarta.
- Oberdier, J. P. (1996). *Atomic Absorption Spectrophotometry*. New York: Springer.
- Paul, H. (1972). *Composition of Wheat and Products of Milling in Modern Cereal Chemistry*. London: Food Trade Press Ltd.
- Palar, H. (1994). *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: PT. Rineka Cipta.
- Pears, P. (2005). *HDRA Encyclopedia of Organic Gardening*. London: Dorling Kindersley.
- Raimon. (1993). Perbandingan metoda destruksi basah dan kering secara spektrofotometri serapan atom. *Pros. Lok. Nas. Spektrofotometri Serapan Atom*, 79-87.
- Rinsema, W. T. (1983). *Pupuk dan Cara Pemupukan*. Jakarta: Bhratara Karya Akasara.
- Roechan, S. (1982). *Peranan Kadmium dalam Sistem Tanah-Tanaman pada Padi-padian*. Bogor: Balai Penelitian Tanaman Pangan Bogor.
- Roth, H. J., & Blasvke, G. (1988). *Analisis Farmasi*. (Kisman S., & Ibrahim S., Penerjemah.). Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Setyawan, A. D. (2004). *Pencemaran Logam Berat Fe, Cd, Cr, dan Pb pada Lahan Pertanian di propinsi Jawa Tengah*. Semarang: ISSN Enviro, 45-49.
- Shimadzu. (2007). *Instruction manual: Shimadzu Atomic Absorption Spectrophotometer AA-6300*. Kyoto : Shimadzu.
- Standar Nasional Indonesia. (1998). SNI 01-2896-1998. *Cara Uji Cemaran Logam dalam Makanan*. Jakarta : Badan Standarisasi Nasional.

- Standar Nasional Indonesia. (2006). SNI 01-3751-2006. *Tepung Terigu sebagai Bahan Makanan*. Jakarta : Badan Standarisasi Nasional.
- Standar Nasional Indonesia. (2009). SNI 7387:2009. *Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan*. Jakarta : Badan Standarisasi Nasional.
- Sunarto, T. (1992). *Pengaruh Kandungan Logam Kadmium dalam Beras terhadap Kesehatan Penduduk Desa Tembok Rejo Kecamatan Gumukmas Kabupaten Jember*. [tesis]. Surabaya: Program Pascasarjana Universitas Airlangga.
- Vandecasteele C., & Block, C. B. (1993). *Modern Methods for Trace Element Determination*. Inggris: John Wiley & Sons.
- Verloo, M. (1993). *Chemical Aspect of Soil Pollution*. Amsterdam: ITC-Gen Publications.
- Welz, B., & Michael, S. (2005). *Atomic Absorption Spectrometry, Third Completely Revised Edition*. New York : WILEY-VCH.



GAMBAR



Gambar 4.4 Tepung Terigu



Gambar 4.5 Tepung Gandum Utuh (*Whole Wheat Flour*)



Gambar 4.6 Hasil Destruksi Tepung Gandum



Gambar 4.7 Spektrofotometer Serapan Atom (Shimadzu AA 6300)



Keterangan :

- | | |
|-------------------------|----------------------------------|
| 1. <i>Burner head</i> | 5. <i>Drain sensor</i> |
| 2. <i>Nebulizer</i> | 6. <i>Saluran masuk sampel</i> |
| 3. <i>Spray chamber</i> | 7. <i>Saluran tempat buangan</i> |
| 4. <i>Drain tank</i> | 8. <i>Flame monitor</i> |

Gambar 4.8 Unit-unit Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)



Gambar 4.9 *Microwave Digestion*



Keterangan :

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

Gambar 4.10 Komponen Bejana dalam *Microwave Digestion System*



Tabel 4.7 Hasil Uji Linearitas Timbal

| Konsentrasi (ppm) | Serapan (y) | r_i | $(r_i)^2$ | $\Delta y/\Delta x$ |
|-------------------|-------------|--------------------------|--------------------------|---------------------|
| 0,05 | 0,0020 | $6,7134 \times 10^{-5}$ | $4,5070 \times 10^{-9}$ | 0,0200 |
| 0,1 | 0,0030 | $-7,3934 \times 10^{-6}$ | $5,4663 \times 10^{-11}$ | 0,0190 |
| 0,2 | 0,0049 | $-5,6449 \times 10^{-5}$ | $3,1865 \times 10^{-9}$ | 0,0183 |
| 0,5 | 0,0104 | $-3,6158 \times 10^{-6}$ | $1,3074 \times 10^{-11}$ | 0,0187 |
| 0,8 | 0,0160 | $-5,0783 \times 10^{-5}$ | $2,5789 \times 10^{-9}$ | 0,0180 |
| 1,0 | 0,0196 | $5,1106 \times 10^{-5}$ | $2,6119 \times 10^{-9}$ | |

Tabel 4.8 Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) Timbal

| Konsentrasi (ppm) | Serapan (y) | y_i | $(y-y_i)^2$ |
|-------------------|-------------|----------|--------------------------|
| 0,05 | 0,0020 | 0,002067 | $4,5070 \times 10^{-9}$ |
| 0,1 | 0,0030 | 0,002993 | $5,4663 \times 10^{-11}$ |
| 0,2 | 0,0049 | 0,004844 | $3,1865 \times 10^{-9}$ |
| 0,5 | 0,0104 | 0,010396 | $1,3074 \times 10^{-11}$ |
| 0,8 | 0,0160 | 0,015949 | $2,5789 \times 10^{-9}$ |
| 1,0 | 0,0196 | 0,019651 | $2,6119 \times 10^{-9}$ |
| Jumlah | | | $1,2952 \times 10^{-8}$ |

$$S(y/x) = 5,6903 \times 10^{-5}$$

$$V_{x_0} = 1,05 \%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,0092 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 0,0307 \text{ ppm}$$

Tabel 4.9 Hasil Uji Presisi Timbal 0,05 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5009 | 0,0029 | 0,0950 | 0,0945 | 0,0974 | 0,0067 | 6,92 |
| 2,5010 | 0,0031 | 0,1058 | 0,1058 | | | |
| 2,5006 | 0,0029 | 0,0945 | 0,0945 | | | |
| 2,5012 | 0,0028 | 0,0896 | 0,0896 | | | |
| 2,5020 | 0,0029 | 0,0945 | 0,0944 | | | |
| 2,5007 | 0,0031 | 0,1058 | 0,1058 | | | |

Keterangan: pada konsentrasi terendah kurva kalibrasi timbal, yaitu 0,05 ppm, terjadi perbedaan konsentrasi yang signifikan dengan sedikit perubahan serapan sehingga sulit untuk mendapatkan nilai koefisien variasi $\leq 2\%$.

Tabel 4.10 Hasil Uji Presisi Timbal 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5010 | 0,0040 | 0,1546 | 0,1545 | 0,1562 | 0,0028 | 1,79 |
| 2,5007 | 0,0040 | 0,1544 | 0,1544 | | | |
| 2,5008 | 0,0041 | 0,1598 | 0,1597 | | | |
| 2,5001 | 0,0041 | 0,1598 | 0,1598 | | | |
| 2,5006 | 0,0040 | 0,1544 | 0,1544 | | | |
| 2,5009 | 0,0040 | 0,1544 | 0,1543 | | | |

Tabel 4.11 Hasil Uji Presisi Timbal 0,5 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5012 | 0,0114 | 0,5545 | 0,5542 | 0,5533 | 0,0040 | 0,73 |
| 2,5017 | 0,0113 | 0,5493 | 0,5489 | | | |
| 2,5009 | 0,0114 | 0,5544 | 0,5542 | | | |
| 2,5015 | 0,0113 | 0,5492 | 0,5489 | | | |
| 2,5008 | 0,0115 | 0,5598 | 0,5596 | | | |
| 2,5018 | 0,0114 | 0,5546 | 0,5542 | | | |

Tabel 4.12 Hasil Uji Presisi Timbal 0,8 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5015 | 0,0170 | 0,8568 | 0,8563 | 0,8653 | 0,0153 | 1,76 |
| 2,5011 | 0,0172 | 0,8676 | 0,8672 | | | |
| 2,5007 | 0,0169 | 0,8514 | 0,8511 | | | |
| 2,5003 | 0,0169 | 0,8514 | 0,8513 | | | |
| 2,5024 | 0,0176 | 0,8892 | 0,8883 | | | |
| 2,5019 | 0,0174 | 0,8784 | 0,8777 | | | |

Tabel 4.13 Hasil Uji Presisi Timbal 0,1 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5011 | 0,0060 | 0,2626 | 0,2625 | 0,2652 | 0,0030 | 1,12 |
| 2,5012 | 0,0061 | 0,2680 | 0,2679 | | | |
| 2,5005 | 0,0061 | 0,2680 | 0,2679 | | | |
| 2,5009 | 0,0060 | 0,2626 | 0,2625 | | | |
| 2,5007 | 0,0060 | 0,2626 | 0,2625 | | | |
| 2,5015 | 0,0061 | 0,2681 | 0,2679 | | | |

Tabel 4.14 Hasil Uji Presisi Timbal 0,5 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5002 | 0,0132 | 0,6516 | 0,6515 | 0,6605 | 0,0088 | 1,34 |
| 2,5009 | 0,0135 | 0,6679 | 0,6677 | | | |
| 2,5008 | 0,0136 | 0,6733 | 0,6731 | | | |
| 2,5017 | 0,0133 | 0,6574 | 0,6569 | | | |
| 2,5015 | 0,0132 | 0,6519 | 0,6515 | | | |
| 2,5021 | 0,0134 | 0,6629 | 0,6623 | | | |

Tabel 4.15 Hasil Uji Presisi Timbal 0,8 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5002 | 0,0191 | 0,9702 | 0,9701 | 0,9716 | 0,0071 | 0,73 |
| 2,5007 | 0,0191 | 0,9702 | 0,9699 | | | |
| 2,5003 | 0,0189 | 0,9594 | 0,9593 | | | |
| 2,5017 | 0,0192 | 0,9756 | 0,9749 | | | |
| 2,5016 | 0,0192 | 0,9756 | 0,9749 | | | |
| 2,5020 | 0,0193 | 0,9810 | 0,9802 | | | |

Tabel 4.16 Hasil UPK Timbal 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 atau blanko (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|---------------------|---------|----------------------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0030 | - | - | 0,1004 | 98,84 | 98,63 |
| 2,5010 | 0,0040 | - | 0,1544 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0030 | - | - | 0,1004 | 98,84 | |
| 2,5007 | 0,0040 | - | 0,1544 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0030 | - | - | 0,1004 | 101,19 | |
| 2,5008 | 0,0041 | - | 0,1598 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0030 | - | - | 0,1004 | 101,19 | |
| 2,5001 | 0,0040 | - | 0,1598 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0030 | - | - | 0,1004 | 97,84 | |
| 2,5006 | 0,0041 | - | 0,1544 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0030 | - | - | 0,1004 | 96,84 | |
| 2,5009 | 0,0042 | - | 0,1544 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |

Keterangan: C1 = kadar timbal pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar timbal pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar timbal yang ditambahkan

Tabel 4.17 Hasil UPK Timbal 0,5 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 atau blangko (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|---------------------|---------|-----------------------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0104 | - | - | 0,5002 | | 99,19 |
| 2,5018 | 0,0114 | - | 0,5542 | - | 99,36 | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0104 | - | - | 0,5002 | | |
| 2,5017 | 0,0113 | - | 0,5489 | - | 98,30 | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0104 | - | - | 0,5002 | | |
| 2,5009 | 0,0114 | - | 0,5542 | - | 99,36 | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0104 | - | - | 0,5002 | | |
| 2,5015 | 0,0113 | - | 0,5489 | - | 98,30 | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0104 | - | - | 0,5002 | | |
| 2,5008 | 0,0115 | - | 0,5596 | - | 100,44 | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0104 | - | - | 0,5002 | | |
| 2,5018 | 0,0114 | - | 0,5542 | - | 99,36 | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |

Keterangan: C1 = kadar timbal pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar timbal pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar timbal yang ditambahkan

Tabel 4.18 Hasil UPK Timbal 0,8 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|---------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 99,55 | 100,51 |
| 2,5015 | 0,0170 | - | 0,8563 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 100,91 | |
| 2,5011 | 0,0172 | - | 0,8672 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 98,90 | |
| 2,5007 | 0,0169 | - | 0,8511 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 98,93 | |
| 2,5003 | 0,0169 | - | 0,8513 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 101,54 | |
| 2,5024 | 0,0176 | - | 0,8883 | - | | |
| 2,5003 | 0,0022 | 0,0572 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 101,21 | |
| 2,5019 | 0,0174 | - | 0,8777 | - | | |
| 2,5003 | 0,0021 | 0,0512 | - | - | | |

Keterangan: C1 = kadar timbal pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar timbal pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar timbal yang ditambahkan

Tabel 4.19 Hasil UPK Timbal 0,1 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|-----------------------|----------------------------|------------------|------------------|------------------|---------|-------------------|
| - 2,5011 2,5004 | 0,0030 0,0060 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,2625 - | 0,1004 - - | 97,91 | 99,60 |
| - 2,5012 2,5004 | 0,0030 0,0061 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,2679 - | 0,1004 - - | 102,29 | |
| - 2,5005 2,5004 | 0,0030 0,0061 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,2679 - | 0,1004 - - | 102,29 | |
| - 2,5009 2,5004 | 0,0030 0,0060 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,2625 - | 0,1004 - - | 97,91 | |
| - 2,5007 2,5004 | 0,0030 0,0059 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,2625 - | 0,1004 - - | 96,91 | |
| - 2,5015 2,5004 | 0,0030 0,0061 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,2679 - | 0,1004 - - | 101,29 | |

Keterangan: C1 = kadar timbal pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar timbal pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar timbal yang ditambahkan

Tabel 4.20 Hasil UPK Timbal 0,5 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|-----------------------|----------------------------|------------------|------------------|------------------|---------|-------------------|
| - 2,5002 2,5004 | 0,0104 0,0132 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,6515 - | 0,5002 - - | 98,22 | 99,05 |
| - 2,5009 2,5004 | 0,0104 0,0135 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,6677 - | 0,5002 - - | 100,46 | |
| - 2,5008 2,5004 | 0,0104 0,0137 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,6731 - | 0,5002 - - | 101,54 | |
| - 2,5017 2,5004 | 0,0104 0,0136 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,6579 - | 0,5002 - - | 98,50 | |
| - 2,5015 2,5004 | 0,0104 0,0137 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,6515 - | 0,5002 - - | 98,22 | |
| - 2,5021 2,5004 | 0,0104 0,0139 0,0042 | - - 0,1652 | - 0,6623 - | 0,5002 - - | 99,38 | |

Keterangan: C1 = kadar timbal pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar timbal pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar timbal yang ditambahkan

Tabel 4.21 Hasil UPK Timbal 0,8 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|---------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 100,27 | 100,45 |
| 2,5002 | 0,0191 | - | 0,9701 | - | | |
| 2,5004 | 0,0042 | 0,1652 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 100,25 | |
| 2,5009 | 0,0191 | - | 0,9699 | - | | |
| 2,5004 | 0,0042 | 0,1652 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 98,93 | |
| 2,5008 | 0,0189 | - | 0,9593 | - | | |
| 2,5004 | 0,0042 | 0,1652 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 100,87 | |
| 2,5017 | 0,0192 | - | 0,9749 | - | | |
| 2,5004 | 0,0042 | 0,1652 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 100,87 | |
| 2,5015 | 0,0192 | - | 0,9749 | - | | |
| 2,5004 | 0,0042 | 0,1652 | - | - | | |
| - | 0,0160 | - | - | 0,8027 | 101,53 | |
| 2,5021 | 0,0193 | - | 0,9802 | - | | |
| 2,5004 | 0,0042 | 0,1652 | - | - | | |

Keterangan: C1 = kadar timbal pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar timbal pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar timbal yang ditambahkan

Tabel 4.22 Penetapan Kadar Timbal dalam Tepung Gandum

| Jenis Tepung | Importir | Serapan | Kadar (ppm) | Berat sampel (gram) | Kadar (mg/kg) |
|--------------|-----------|---------|-------------|---------------------|---------------|
| Terigu | Australia | 0,0026 | 0,0788 | 2,5004 | 0,3151 |
| | | 0,0025 | 0,0734 | 2,5002 | 0,2936 |
| | | 0,0027 | 0,0842 | 2,5010 | 0,3367 |
| | Turki | 0,0021 | 0,0518 | 2,5001 | 0,2072 |
| | | 0,0022 | 0,0572 | 2,5002 | 0,2288 |
| | | 0,0022 | 0,0572 | 2,5004 | 0,2288 |
| Gandum Utuh | USA | 0,0042 | 0,1652 | 2,5004 | 0,6608 |
| | | 0,0046 | 0,1868 | 2,5006 | 0,7470 |
| | | 0,0045 | 0,1814 | 2,5002 | 0,7255 |
| | Kanada | 0,0031 | 0,1058 | 2,5006 | 0,4231 |
| | | 0,0030 | 0,1004 | 2,5002 | 0,4016 |
| | | 0,0027 | 0,0842 | 2,4995 | 0,3369 |

Tabel 4.23 Hasil Uji Linearitas Tembaga

| Konsentrasi (ppm) | Serapan (y) | r_i | $(r_i)^2$ | $\Delta y/\Delta x$ |
|-------------------|-------------|--------------------------|--------------------------|---------------------|
| 0,1001 | 0,0102 | $-8,0831 \times 10^{-6}$ | $6,5337 \times 10^{-11}$ | 0,1625 |
| 0,5005 | 0,0752 | $2,6536 \times 10^{-4}$ | $7,0415 \times 10^{-8}$ | 0,1630 |
| 0,8008 | 0,1241 | $3,2044 \times 10^{-4}$ | $1,0268 \times 10^{-7}$ | 0,1670 |
| 1,0010 | 0,1575 | $-4,4284 \times 10^{-4}$ | $1,9611 \times 10^{-7}$ | 0,1632 |
| 2,0020 | 0,3207 | $-4,5924 \times 10^{-4}$ | $2,1090 \times 10^{-7}$ | 0,1624 |
| 3,0030 | 0,4831 | $3,2436 \times 10^{-4}$ | $1,0521 \times 10^{-7}$ | |

Tabel 4.24 Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) Tembaga

| Konsentrasi (ppm) | Serapan (y) | y_i | $(y-y_i)^2$ |
|-------------------|-------------|----------|--------------------------|
| 0,1001 | 0,0102 | 0,010192 | $6,5337 \times 10^{-11}$ |
| 0,5005 | 0,0752 | 0,075465 | $7,0415 \times 10^{-8}$ |
| 0,8008 | 0,1241 | 0,124420 | $1,0268 \times 10^{-7}$ |
| 1,0010 | 0,1575 | 0,157057 | $1,9611 \times 10^{-7}$ |
| 2,0020 | 0,3207 | 0,320241 | $2,1090 \times 10^{-7}$ |
| 3,0030 | 0,4831 | 0,483424 | $1,0521 \times 10^{-7}$ |
| Jumlah | | | $6,8538 \times 10^{-7}$ |

$$S(y/x) = 0,00041394$$

$$V_{x_0} = 0,21\%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,0076 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 0,0254 \text{ ppm}$$

Tabel 4.25 Hasil Uji Presisi Tembaga 0,1001 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5009 | 0,1155 | 0,7500 | 0,7496 | 0,7336 | 0,0167 | 2,27 |
| 2,5012 | 0,1118 | 0,7201 | 0,7198 | | | |
| 2,5014 | 0,1112 | 0,7163 | 0,7159 | | | |
| 2,4998 | 0,1118 | 0,7197 | 0,7198 | | | |
| 2,5011 | 0,1168 | 0,7505 | 0,7502 | | | |
| 2,5002 | 0,1161 | 0,7464 | 0,7463 | | | |

Keterangan: pada konsentrasi terendah kurva kalibrasi tembaga, yaitu 0,1 ppm, terjadi perbedaan konsentrasi yang signifikan dengan sedikit perubahan serapan sehingga sulit untuk mendapatkan nilai koefisien variasi $\leq 2\%$.

Tabel 4.26 Hasil Uji Presisi Tembaga 0,5005 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5003 | 0,1803 | 1,1425 | 1,1424 | 1,1452 | 0,0112 | 0,98 |
| 2,5009 | 0,1830 | 1,1594 | 1,1590 | | | |
| 2,5005 | 0,1797 | 1,1392 | 1,1390 | | | |
| 2,5008 | 0,1793 | 1,1367 | 1,1363 | | | |
| 2,5010 | 0,1791 | 1,1356 | 1,1351 | | | |
| 2,4980 | 0,1831 | 1,1590 | 1,1596 | | | |

Tabel 4.27 Hasil Uji Presisi Tembaga 0,8008 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5007 | 0,2295 | 1,4453 | 1,4449 | 1,4462 | 0,0012 | 0,08 |
| 2,5009 | 0,2296 | 1,4460 | 1,4455 | | | |
| 2,5005 | 0,2297 | 1,4466 | 1,4463 | | | |
| 2,5009 | 0,2300 | 1,4484 | 1,4479 | | | |
| 2,5010 | 0,2299 | 1,4478 | 1,4472 | | | |
| 2,5002 | 0,2295 | 1,4453 | 1,4452 | | | |

Tabel 4.28 Hasil Uji Presisi Tembaga 1,0010 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5001 | 0,2632 | 1,6506 | 1,6504 | 1,6388 | 0,0014 | 0,86 |
| 2,5009 | 0,2597 | 1,6296 | 1,6290 | | | |
| 2,5004 | 0,2601 | 1,6317 | 1,6314 | | | |
| 2,5009 | 0,2600 | 1,6305 | 1,6303 | | | |
| 2,5010 | 0,2598 | 1,6299 | 1,6296 | | | |
| 2,4989 | 0,2651 | 1,6618 | 1,6621 | | | |

Tabel 4.29 Hasil Uji Presisi Tembaga 0,5005 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5003 | 0,2988 | 1,8687 | 1,8686 | 1,8777 | 0,0098 | 0,52 |
| 2,5009 | 0,2990 | 1,8701 | 1,8698 | | | |
| 2,5005 | 0,2987 | 1,8682 | 1,8680 | | | |
| 2,5008 | 0,3014 | 1,8848 | 1,8845 | | | |
| 2,5010 | 0,3020 | 1,8885 | 1,8882 | | | |
| 2,4988 | 0,3018 | 1,8868 | 1,8870 | | | |

Tabel 4.30 Hasil Uji Presisi Tembaga 0,8008 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5003 | 0,3489 | 2,1778 | 2,1775 | 2,1787 | 0,0011 | 0,05 |
| 2,5001 | 0,3490 | 2,1784 | 2,1783 | | | |
| 2,5009 | 0,3494 | 2,1809 | 2,1801 | | | |
| 2,5008 | 0,3492 | 2,1796 | 2,1789 | | | |
| 2,5019 | 0,3495 | 2,1815 | 2,1798 | | | |
| 2,5002 | 0,3489 | 2,1778 | 2,1776 | | | |

Tabel 4.31 Hasil Uji Presisi Tembaga 1,0010 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5007 | 0,3796 | 2,3638 | 2,3638 | 2,3794 | 0,0166 | 0,70 |
| 2,5000 | 0,3803 | 2,3683 | 2,3680 | | | |
| 2,5004 | 0,3857 | 2,4013 | 2,4011 | | | |
| 2,5007 | 0,3822 | 2,3799 | 2,3797 | | | |
| 2,5015 | 0,3799 | 2,3659 | 2,3656 | | | |
| 2,4999 | 0,3852 | 2,3979 | 2,3981 | | | |

Tabel 4.32 Hasil UPK Tembaga 0,5005 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (ppm) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|--------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | 100,70 |
| 2,5009 | 0,1803 | - | 1,1424 | - | 99,46 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,5012 | 0,1830 | - | 1,1590 | - | 101,79 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,5014 | 0,1797 | - | 1,1390 | - | 98,78 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,4998 | 0,1793 | - | 1,1363 | - | 98,23 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,5011 | 0,1791 | - | 1,1551 | - | 102,01 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,5002 | 0,1831 | - | 1,1596 | - | 101,91 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |

Keterangan: C1 = kadar tembaga pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 4.33 Hasil UPK Tembaga 0,8008 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|-----------------------|----------------------------|------------------|------------------|------------------|---------|-------------------|
| - 2,5007 2,5003 | 0,1241 0,2295 0,0994 | - - 0,6467 | - 1,4449 - | 0,7988 - - | 99,92 | 100,08 |
| - 2,5010 2,5003 | 0,1241 0,2296 0,0994 | - - 0,6467 | - 1,4455 - | 0,7988 - - | 100,00 | |
| - 2,5005 2,5003 | 0,4831 0,2297 0,0994 | - - 0,6467 | - 1,4463 - | 0,7988 - - | 100,10 | |
| - 2,5009 2,5003 | 0,4831 0,2300 0,0994 | - - 0,6467 | - 1,4479 - | 0,7988 - - | 100,30 | |
| - 2,5010 2,5003 | 0,4831 0,2299 0,0994 | - - 0,6467 | - 1,4472 - | 0,7988 - - | 100,21 | |
| - 2,5002 2,5003 | 0,4831 0,2295 0,0994 | - - 0,6467 | - 1,4452 - | 0,7988 - - | 99,96 | |

Keterangan: C1 = kadar tembaga pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 4.34 Hasil UPK Tembaga 1,0010 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (ppm) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|--------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,1575 | - | - | 1,0157 | - | 98,94 |
| 2,5003 | 0,2632 | - | 1,6504 | - | 98,82 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0157 | - | |
| 2,5009 | 0,2597 | - | 1,6290 | - | 98,71 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0157 | - | |
| 2,5005 | 0,2601 | - | 1,6314 | - | 98,95 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0157 | - | |
| 2,5008 | 0,2600 | - | 1,6303 | - | 98,84 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0157 | - | |
| 2,5010 | 0,2596 | - | 1,6296 | - | 98,77 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0157 | - | |
| 2,4980 | 0,2651 | - | 1,6621 | - | 99,97 | |
| 2,5003 | 0,0994 | 0,6467 | - | - | - | |

Keterangan: C1 = kadar tembaga pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 4.35 Hasil UPK Tembaga 0,5005 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|---------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | 98,35 |
| 2,5003 | 0,2978 | - | 1,8625 | - | 98,25 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,5009 | 0,2972 | - | 1,8588 | - | 98,51 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,5005 | 0,2977 | - | 1,8619 | - | 98,12 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | 98,35 |
| 2,5008 | 0,2982 | - | 1,8649 | - | 97,74 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,5010 | 0,2985 | - | 1,8668 | - | 98,11 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,0752 | - | - | 0,4984 | - | |
| 2,4998 | 0,2987 | - | 1,8680 | - | 98,35 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |

Keterangan: C1 = kadar tembaga pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 4.36 Hasil UPK Tembaga 0,8008 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|---------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,1241 | - | - | 0,7988 | | 100,26 |
| 2,5003 | 0,3489 | - | 2,1775 | - | 100,11 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | | |
| - | 0,1241 | - | - | 0,7988 | | |
| 2,5001 | 0,3490 | - | 2,1783 | - | 100,21 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | | |
| - | 0,1241 | - | - | 0,7988 | | |
| 2,5009 | 0,3494 | - | 2,1801 | - | 100,44 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | | |
| - | 0,1241 | - | - | 0,7988 | | |
| 2,5008 | 0,3492 | - | 2,1789 | - | 100,29 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | | |
| - | 0,1241 | - | - | 0,7988 | | |
| 2,5019 | 0,3495 | - | 2,1798 | - | 100,40 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | | |
| - | 0,1241 | - | - | 0,7988 | | |
| 2,5002 | 0,3489 | - | 2,1776 | - | 100,13 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | | |

Keterangan: C1 = kadar tembaga pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 4.37 Hasil UPK Tembaga 1,0010 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (ppm) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|--------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,1575 | - | - | 1,0027 | - | 98,32 |
| 2,5007 | 0,3789 | - | 2,3595 | - | 98,90 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0027 | - | |
| 2,5000 | 0,3794 | - | 2,3625 | - | 98,21 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0027 | - | |
| 2,5004 | 0,3802 | - | 2,3674 | - | 98,70 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0027 | - | 98,32 |
| 2,5007 | 0,3811 | - | - | - | 99,25 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | 2,3729 | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0027 | - | |
| 2,5015 | 0,3791 | - | 2,3607 | - | 98,02 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |
| - | 0,1575 | - | - | 1,0027 | - | |
| 2,4999 | 0,3788 | - | 2,3589 | - | 98,84 | |
| 2,5004 | 0,2187 | 1,3778 | - | - | - | |

Keterangan: C1 = kadar tembaga pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar tembaga pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar tembaga yang ditambahkan

Tabel 4.38 Penetapan Kadar Tembaga dalam Tepung Gandum

| Jenis Tepung | Importir | Serapan | Kadar (ppm) | Massa sampel (gram) | Kadar (mg/kg) |
|--------------|-----------|---------|-------------|---------------------|---------------|
| Terigu | Australia | 0,0506 | 0,3429 | 2,5001 | 1,3715 |
| | | 0,0517 | 0,3497 | 2,5006 | 1,3985 |
| | | 0,0486 | 0,3306 | 2,4997 | 1,3224 |
| | Turki | 0,0994 | 0,6467 | 2,5002 | 2,5866 |
| | | 0,0992 | 0,6454 | 2,5001 | 2,5815 |
| | | 0,0942 | 0,6148 | 2,4991 | 2,4601 |
| Gandum Utuh | USA | 0,2187 | 1,3778 | 2,5001 | 5,5110 |
| | | 0,2110 | 1,3306 | 2,4991 | 5,5324 |
| | | 0,2180 | 1,3735 | 2,4995 | 5,4951 |
| | Kanada | 0,1380 | 0,8832 | 2,5009 | 3,5315 |
| | | 0,1371 | 0,8777 | 2,5001 | 3,5107 |
| | | 0,1297 | 0,8324 | 2,4991 | 3,3308 |

Tabel 4.39 Hasil Uji Linearitas Kadmium

| Konsentrasi (ppm) | Serapan (y) | r_i | $(r_i)^2$ | $\Delta y/\Delta x$ |
|-------------------|-------------|-------------------------|-------------------------|---------------------|
| 0,02 | 0,0013 | $2,2852 \times 10^{-4}$ | $5,2223 \times 10^{-8}$ | 0,5550 |
| 0,04 | 0,0124 | $3,6689 \times 10^{-4}$ | $1,3460 \times 10^{-7}$ | 0,0023 |
| 0,06 | 0,0223 | $6,9475 \times 10^{-4}$ | $4,8268 \times 10^{-7}$ | 0,0057 |
| 0,08 | 0,0337 | $2,5639 \times 10^{-4}$ | $6,5738 \times 10^{-8}$ | 0,5750 |
| 0,1 | 0,0452 | $2,8197 \times 10^{-4}$ | $7,9506 \times 10^{-8}$ | 0,5460 |
| 0,2 | 0,0998 | $7,3770 \times 10^{-5}$ | $5,4421 \times 10^{-9}$ | |

Tabel 4.40 Hasil Perhitungan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitasi (LOQ) Kadmium

| Konsentrasi (ppm) | Serapan (y) | y_i | $(y-y_i)^2$ |
|-------------------|-------------|-------------------------|-------------------------|
| 0,02 | 0,0013 | $2,2852 \times 10^{-4}$ | $5,2223 \times 10^{-8}$ |
| 0,04 | 0,0124 | $3,6689 \times 10^{-4}$ | $1,3460 \times 10^{-7}$ |
| 0,06 | 0,0223 | $6,9475 \times 10^{-4}$ | $4,8268 \times 10^{-7}$ |
| 0,08 | 0,0337 | $2,5639 \times 10^{-4}$ | $6,5738 \times 10^{-8}$ |
| 0,1 | 0,0452 | $2,8197 \times 10^{-4}$ | $7,9506 \times 10^{-8}$ |
| 0,2 | 0,0998 | $7,3770 \times 10^{-5}$ | $5,4421 \times 10^{-9}$ |
| Jumlah | | | $8,2019 \times 10^{-7}$ |

$$S(y/x) = 4,5282 \times 10^{-4}$$

$$V_{x_0} = 0,99\%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,0025 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 0,0083 \text{ ppm}$$

Tabel 4.41 Hasil Uji Presisi Kadmium 0,02 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5009 | 0,0156 | 0,0466 | 0,0465 | 0,0468 | 0,0003 | 0,58 |
| 2,5013 | 0,0158 | 0,0473 | 0,0471 | | | |
| 2,5006 | 0,0157 | 0,0468 | 0,0467 | | | |
| 2,5002 | 0,0157 | 0,0467 | 0,0467 | | | |
| 2,5010 | 0,0158 | 0,0473 | 0,0471 | | | |
| 2,5002 | 0,0156 | 0,0465 | 0,0465 | | | |

Tabel 4.42 Hasil Uji Presisi Kadmium 0,06 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5006 | 0,0375 | 0,0866 | 0,0865 | 0,0854 | 0,0009 | 1,03 |
| 2,5003 | 0,0374 | 0,0863 | 0,0863 | | | |
| 2,5009 | 0,0370 | 0,0857 | 0,0856 | | | |
| 2,5010 | 0,0367 | 0,0852 | 0,0850 | | | |
| 2,5015 | 0,0365 | 0,0848 | 0,0846 | | | |
| 2,5005 | 0,0364 | 0,0845 | 0,0844 | | | |

Tabel 4.43 Hasil Uji Presisi Kadmium 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5009 | 0,0597 | 0,1270 | 0,1270 | 0,1268 | 0,0002 | 0,17 |
| 2,5003 | 0,0595 | 0,1266 | 0,1266 | | | |
| 2,5019 | 0,0598 | 0,1272 | 0,1271 | | | |
| 2,4980 | 0,0595 | 0,1266 | 0,1267 | | | |
| 2,4998 | 0,0595 | 0,1266 | 0,1266 | | | |
| 2,5014 | 0,0597 | 0,1270 | 0,1269 | | | |

Tabel 4.44 Hasil Uji Presisi Kadmium 0,02 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5008 | 0,0229 | 0,0601 | 0,0598 | 0,0600 | 0,0002 | 0,37 |
| 2,5004 | 0,0231 | 0,0601 | 0,0601 | | | |
| 2,5011 | 0,0230 | 0,0603 | 0,0600 | | | |
| 2,5020 | 0,0229 | 0,0601 | 0,0598 | | | |
| 2,5009 | 0,0232 | 0,0605 | 0,0604 | | | |
| 2,5001 | 0,0231 | 0,0601 | 0,0601 | | | |

Tabel 4.45 Hasil Uji Presisi Kadmium 0,06 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5005 | 0,0437 | 0,0979 | 0,0978 | 0,06 | 0,0003 | 0,28 |
| 2,5002 | 0,0435 | 0,0974 | 0,0974 | | | |
| 2,5012 | 0,0436 | 0,0978 | 0,0976 | | | |
| 2,5009 | 0,0438 | 0,0982 | 0,0980 | | | |
| 2,5011 | 0,0437 | 0,0977 | 0,0974 | | | |
| 2,5007 | 0,0438 | 0,0981 | 0,0980 | | | |

Tabel 4.46 Hasil Uji Presisi Kadmium 0,1 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (gram) | Serapan | Konsentrasi pengukuran (ppm) | Konsentrasi jika sampel 2,5 g (ppm) | Konsentrasi rata-rata (ppm) | Simpangan baku (SD) | Koefisien variasi (%) |
|---------------------|---------|------------------------------|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------|
| 2,5009 | 0,0669 | 0,1401 | 0,1400 | 0,1400 | 0,0001 | 0,10 |
| 2,5003 | 0,0668 | 0,1399 | 0,1399 | | | |
| 2,5019 | 0,0670 | 0,1403 | 0,1402 | | | |
| 2,4980 | 0,0667 | 0,1397 | 0,1398 | | | |
| 2,4998 | 0,0668 | 0,1399 | 0,1399 | | | |
| 2,5014 | 0,0669 | 0,1401 | 0,1400 | | | |

Tabel 4.47 Hasil UPK Kadmium 0,02 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|---------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | - | 98,10 |
| 2,5009 | 0,0156 | - | 0,0465 | - | 98,61 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | - | |
| 2,5013 | 0,0158 | - | 0,0471 | - | 99,29 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | - | |
| 2,5006 | 0,0157 | - | 0,0467 | - | 97,50 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | - | |
| 2,5002 | 0,0157 | - | 0,0467 | - | 97,50 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | - | |
| 2,5010 | 0,0158 | - | 0,0471 | - | 99,29 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | - | |
| 2,5002 | 0,0156 | - | 0,0465 | - | 96,61 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |

Keterangan: C1 = kadar kadmium pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar kadmium pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar kadmium yang ditambahkan

Tabel 4.48 Hasil UPK Kadmium 0,06 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (gram) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|---------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | 99,26 |
| 2,5006 | 0,0364 | - | 0,0844 | - | 98,22 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5003 | 0,0374 | - | 0,0863 | - | 101,33 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5009 | 0,0370 | - | 0,0856 | - | 100,09 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5010 | 0,0367 | - | 0,0850 | - | 99,16 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5015 | 0,0365 | - | 0,0846 | - | 98,54 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5005 | 0,0364 | - | 0,0844 | - | 98,22 | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | - | |

Keterangan: C1 = kadar kadmium pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar kadmium pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar kadmium yang ditambahkan

Tabel 4.49 Hasil UPK Kadmium 0,1 ppm pada Tepung Terigu Turki

| Massa sampel (ppm) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|--------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | 98,93 | 98,87 |
| 2,5012 | 0,0597 | - | 0,1270 | - | | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | 98,57 | |
| 2,5004 | 0,0595 | - | 0,1266 | - | | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | 98,75 | |
| 2,5009 | 0,0598 | - | 0,1271 | - | | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | 99,21 | |
| 2,5005 | 0,0595 | - | 0,1267 | - | | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | 99,30 | |
| 2,5014 | 0,0595 | - | 0,1266 | - | | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | 99,48 | |
| 2,5012 | 0,0597 | - | 0,1269 | - | | |
| 2,5004 | 0,0048 | 0,0268 | - | - | | |

Keterangan: C1 = kadar kadmium pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar kadmium pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar kadmium yang ditambahkan

Tabel 4.50 Hasil UPK Kadmium 0,02 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (ppm) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|--------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | | 97,99 |
| 2,5008 | 0,0229 | - | 0,0598 | - | 97,70 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | | |
| 2,5004 | 0,0231 | - | 0,0601 | - | 98,49 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | | |
| 2,5011 | 0,0230 | - | 0,0600 | - | 97,60 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | | |
| 2,5020 | 0,0229 | - | 0,0598 | - | 97,70 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | | |
| 2,5009 | 0,0232 | - | 0,0604 | - | 99,38 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | | |
| - | 0,0013 | - | - | 0,0204 | | |
| 2,5002 | 0,0231 | - | 0,0601 | - | 98,49 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | | |

Keterangan: C1 = kadar kadmium pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar kadmium pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar kadmium yang ditambahkan

Tabel 4.51 Hasil UPK Kadmium 0,06 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Massa sampel (ppm) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|--------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | 98,27 |
| 2,5005 | 0,0437 | - | 0,0978 | - | 98,25 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5002 | 0,0435 | - | 0,0974 | - | 98,64 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5012 | 0,0436 | - | 0,0976 | - | 98,95 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | 98,27 |
| 2,5009 | 0,0438 | - | 0,0980 | - | 98,57 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5011 | 0,0437 | - | 0,0974 | - | 98,64 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0223 | - | - | 0,0587 | - | |
| 2,5007 | 0,0438 | - | 0,0980 | - | 99,57 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |

Keterangan: C1 = kadar kadmium pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar kadmium pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar kadmium yang ditambahkan

Tabel 4.52 Hasil UPK Kadmium 0,1 ppm pada Tepung Gandum Utuh AS

| Konsentrasi (ppm) | Serapan | C1 (ppm) | C2 (ppm) | S (ppm) | UPK (%) | UPK rata-rata (%) |
|-------------------|---------|----------|----------|---------|---------|-------------------|
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | - | 98,59 |
| 2,5009 | 0,0669 | - | 0,1400 | - | 98,85 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | - | |
| 2,5003 | 0,0668 | - | 0,1399 | - | 98,94 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | - | |
| 2,5019 | 0,0670 | - | 0,1402 | - | 98,49 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | - | |
| 2,4980 | 0,0667 | - | 0,1398 | - | 98,30 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | - | |
| 2,4998 | 0,0668 | - | 0,1399 | - | 99,03 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |
| - | 0,0452 | - | - | 0,1005 | - | |
| 2,5014 | 0,0669 | - | 0,1400- | - | 98,94 | |
| 2,5004 | 0,0124 | 0,0401 | - | - | - | |

Keterangan: C1 = kadar kadmium pada sampel yang tidak ditambahkan standar

C2 = kadar kadmium pada sampel yang ditambahkan standar

S = kadar standar kadmium yang ditambahkan

Tabel 4.53 Penetapan Kadar Kadmium dalam Tepung Gandum

| Jenis Tepung | Importir | Serapan | Kadar (ppm) | Berat sampel (gram) | Kadar (mg/kg) |
|--------------|-----------|---------|-------------|---------------------|---------------|
| Terigu | Australia | 0,0076 | 0,0317 | 2,5004 | 0,1268 |
| | | 0,0077 | 0,0319 | 2,5005 | 0,1276 |
| | | 0,0073 | 0,0312 | 2,5002 | 0,1248 |
| | Turki | 0,0048 | 0,0268 | 2,5003 | 0,1072 |
| | | 0,0045 | 0,0263 | 2,5002 | 0,1052 |
| | | 0,0040 | 0,0253 | 2,5001 | 0,1012 |
| Gandum Utuh | AS | 0,0124 | 0,0401 | 2,5004 | 0,1604 |
| | | 0,0120 | 0,0399 | 2,4998 | 0,1596 |
| | | 0,0128 | 0,0414 | 2,5009 | 0,1655 |
| | Kanada | 0,0095 | 0,0354 | 2,5005 | 0,1416 |
| | | 0,0084 | 0,0334 | 2,4998 | 0,1336 |
| | | 0,0089 | 0,0343 | 2,5003 | 0,1372 |

Tabel 4.54 Rentang Kesalahan yang Diijinkan pada Setiap Konsentrasi Analit dalam Matriks

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

[Sumber: Harmita, 2004]



LAMPIRAN

Lampiran 1 Cara Memperoleh Persamaan Garis Linier

Persamaan garis $y = a + bx$

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

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

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

Linearitas ditentukan berdasarkan nilai koefisien korelasi (r)

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

Lampiran 2 Cara Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Rumus untuk menghitung batas deteksi yaitu,

$$\text{LOD} = \frac{3 S_{y/x}}{b}$$

Rumus untuk menghitung batas kuantitasi yaitu,

$$\text{LOQ} = \frac{10 S_{y/x}}{b}$$

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

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

Contoh :

Persamaan kurva kalibrasi timbal : $y = 0,0011417 + 0,01851x$

$$\begin{aligned} S(y/x) &= \sqrt{\frac{(0,0020 - 0,002067)^2 + \dots + (0,0030 - 0,002993)^2}{6 - 2}} \\ &= 5,6903 \times 10^{-5} \end{aligned}$$

Batas deteksi timbal (LOD)

$$\frac{3 \times 5,6903 \times 10^{-5}}{0,01851} = 0,0092 \text{ ppm}$$

Batas kuantitasi timbal : LOQ

$$\frac{10 \times 5,6903 \times 10^{-5}}{0,01851} = 0,0307 \text{ ppm}$$

Lampiran 3 Cara Perhitungan Simpangan Baku dan Koefisien Variasi

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

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

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

Contoh :

Hasil uji presisi timbal untuk konsentrasi 1,0 ppm pada sampel tepung terigu Turki = 1,0567 ppm; 1,0513 ppm; 1,0513 ppm; 1,0621 ppm; 1,0567 ppm; dan 1,0513 ppm.

Konsentrasi rata-rata (\bar{x}) = 1,0549 ppm

$$SD = \sqrt{\frac{(1,0567 - 1,0549)^2 + \dots + (1,0513 - 1,0549)^2}{6-1}}$$

$$= 0,0044$$

$$KV = \frac{0,0044}{1,0549} \times 100\%$$

$$= 0,42 \%$$

Lampiran 4 Cara Perhitungan Uji Perolehan Kembali (UPK)

Rumus yang digunakan untuk menghitung UPK:

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

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 tepung terigu Turki tanpa standar = 0,0572 ppm

Kadar timbal pada tepung terigu Turki yang ditambahkan standar = 1,0567 ppm

Kadar standar yang ditambahkan = 0,9972 ppm

Maka,

$$UPK = \frac{1,0567 - 0,0572}{0,9972} \times 100\% = 100,23 \%$$

Lampiran 5 Cara Perhitungan Penetapan Kadar Logam dalam Sampel

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

Keterangan :

C = Kadar logam dalam sampel yang terbaca (ppm)

V = Volume larutan sampel (ml)

M = massa sampel yang ditimbang (gram)

Contoh:

Kadar timbal dalam sampel tepung terigu Turki (C) = 0,0572 ppm
= 0,0572 $\mu\text{g/mL}$

Massa sampel tepung terigu Turki = 2,5001 gram

Volume larutan sampel tepung terigu Turki (V) = 10,0 mL

Kadar logam timbal dalam sampel tepung terigu Turki = $\frac{0,0572 \mu\text{g/mL} \times 10,0 \text{ ml}}{2,5001 \text{ gram}}$
= 0,2288 $\mu\text{g/gram}$
= 0,2288 mg/kg

Lampiran 6 Sertifikat Analisis Standar Timbal (II) Nitrat



Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 23.05.2010

1.07398.1000 Lead(II) nitrate GR for analysis ACS, Reag. Ph Eur
 Batch A0007098

| | Spec. Values | | Batch Values | |
|------------------------|--------------|---|--------------|---|
| Assay (complexometric) | ≥ 99.5 | % | 99.6 | % |
| Insoluble substances | ≤ 0.005 | % | ≤ 0.005 | % |
| Chloride (Cl) | ≤ 0.0005 | % | ≤ 0.0005 | % |
| Ca (Calcium) | ≤ 0.005 | % | 0.0003 | % |
| Cu (Copper) | ≤ 0.0005 | % | ≤ 0.0005 | % |
| Fe (Iron) | ≤ 0.0005 | % | ≤ 0.0005 | % |
| K (Potassium) | ≤ 0.005 | % | < 0.0003 | % |
| Na (Sodium) | ≤ 0.02 | % | 0.0006 | % |

Test date (DD.MM.YYYY): 26.08.2008
 Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 31.08.2013

Dr. Matthias Ohm

responsible laboratory manager quality control

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

Lampiran 7 Sertifikat Analisis Standar Tembaga (II) Sulfat Pentahidrat



Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 20.05.2010

1.02790.0250 Copper(II) sulfate pentahydrate GR for analysis
ACS,ISO,Reag. Ph Eur
Batch A0065490

| | Spec. Values | | Batch Values | |
|--------------------|--------------|---|--------------|---|
| Assay (iodometric) | 99.0 - 100.5 | % | 100.2 | % |
| Insoluble matter | ≤ 0.005 | % | ≤ 0.005 | % |
| Chloride (Cl) | ≤ 0.0005 | % | ≤ 0.0005 | % |
| Total nitrogen (N) | ≤ 0.001 | % | ≤ 0.001 | % |
| Ca (Calcium) | ≤ 0.005 | % | ≤ 0.005 | % |
| Fe (Iron) | ≤ 0.003 | % | < 0.002 | % |
| K (Potassium) | ≤ 0.001 | % | ≤ 0.001 | % |
| Na (Sodium) | ≤ 0.005 | % | ≤ 0.005 | % |
| Ni (Nickel) | ≤ 0.005 | % | < 0.0005 | % |
| Pb (Lead) | ≤ 0.005 | % | ≤ 0.005 | % |
| Zn (Zinc) | ≤ 0.03 | % | < 0.008 | % |

Test date (DD.MM.YYYY): 19.03.2009
Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 31.03.2014

Dr. Matthias Ohm

responsible laboratory manager quality control

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

Lampiran 8 Sertifikat Analisis Standar Kadmium Sulfat Hidrat



Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 20.05.2010

1.02027.0100 Cadmium sulfate hydrate GR for analysis ACS

Batch B0419827

Batch Values

| | | |
|---|---------------|---|
| Assay (complexometric, $\text{CdSO}_4 \cdot 8/3 \text{H}_2\text{O}$) | 98.5 | % |
| Insoluble matter | ≤ 0.005 | % |
| pH-value (5 %; water) | 3.0 - 6.0 | |
| Chloride (Cl) | ≤ 0.001 | % |
| Total nitrogen (N) | ≤ 0.0005 | % |
| Ca (Calcium) | ≤ 0.005 | % |
| Cu (Copper) | ≤ 0.0005 | % |
| Fe (Iron) | ≤ 0.0005 | % |
| K (Potassium) | ≤ 0.01 | % |
| Na (Sodium) | ≤ 0.005 | % |
| Pb (Lead) | ≤ 0.002 | % |
| Zn (Zinc) | ≤ 0.002 | % |

Test date (DD.MM.YYYY): 13.07.2009

Minimum shelf life (DD.MM.YYYY): 31.07.2014

Dr. Andreas Lang

responsible laboratory manager quality control

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