



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS KALSIUM, KADMIUM DAN TIMBAL PADA SUSU
SAPI SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

**TRI NORIYANTI
0806364763**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI EKSTENSI FARMASI
DEPOK
JANUARI 2012**



UNIVERSITAS INDONESIA

**ANALISIS KALSIUM, KADMIUM DAN TIMBAL PADA SUSU
SAPI SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

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

**TRI NORIYANTI
0806364763**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
PROGRAM STUDI EKSTENSI FARMASI
DEPOK
JANUARI 2012**

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 : Tri Noriyanti

NPM : 0806364763

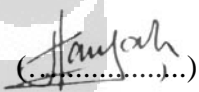
Tanda Tangan : 

Tanggal : Januari 2012

HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :
Nama : Tri Noriyanti
NPM : 0806364763
Program studi : Farmasi
Judul Skripsi : Analisis Kalsium, Kadmium dan Timbal
pada Susu Sapi secara Spektrofotometri
Serapan Atom

DEWAN PENGUJI

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

Pembimbing II : Prof. Dr. Yahdiana Harahap, M.S., Apt 

Penguji I : Dr. Iskandarsyah M.S., Apt 

Penguji II : Prof. Dr. Endang Hanani M.S., Apt 

Penguji III : Dra. Azizahwati M.S., Apt 

Ditetapkan di : Depok

Tanggal : 13 Januari 2012

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT atas segala rahmat dan karunia yang telah dilimpahkan sehingga penulisan skripsi ini dapat terselesaikan. Penulisan skripsi ini dilakukan dalam rangka memenuhi salah satu syarat untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia.

Penulis sangat berterima kasih atas dukungan, doa, bimbingan dan bantuan dari berbagai pihak. Penulis mengucapkan terima kasih kepada :

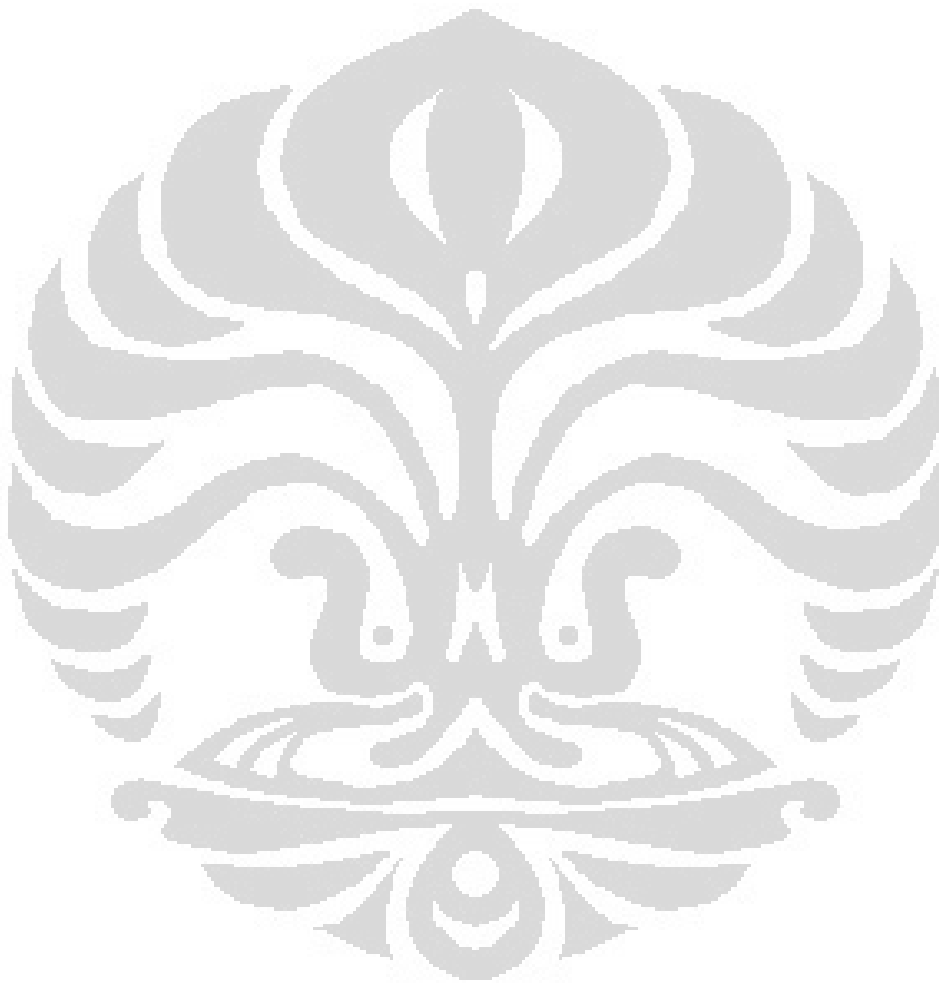
1. Ibu Dra. Maryati Kurniadi, M.Si., Apt., selaku dosen pembimbing I atas bimbingan, saran dan perhatian selama penyusunan skripsi ini sampai dengan selesai.
2. Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, M.S., Apt., selaku dosen pembimbing II atas bimbingan, saran dan perhatian selama penyusunan skripsi ini sampai dengan selesai.
3. Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, M.S., Apt., selaku ketua departemen farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
4. Ibu Dra. Azizahwati, M.S., Apt., selaku ketua program farmasi ekstensi atas bantuan dan perhatian dari mulai awal penyusunan skripsi ini sampai dengan selesai.
5. Bapak Sutriyo, M.Si., Apt., selaku Pembimbing Akademis atas saran yang diberikan selama pendidikan.
6. Seluruh dosen atas ilmu pengetahuan yang telah diberikan selama ini, laboran dan karyawan Departemen Farmasi FMIPA UI yang telah membantu dalam pendidikan dan penelitian.
7. Mama, papa, teteh dan keluargaku seluruhnya atas semangat, dukungan dan doa yang selalu diberikan selama ini.
8. Teman-teman angkatan 2008 program ekstensi atas dukungan dan bantuan yang telah diberikan.
9. Teman-teman KBI Kimia Farmasi atas dukungan dan bantuan yang telah diberikan.

10. Seluruh pihak termasuk teman-teman yang lain yang telah memberi dukungan yang tidak dapat penulis sebutkan satu per satu.

Penulis sangat berterima kasih, karena sangatlah tidak mudah untuk menyelesaikan skripsi ini jika tidak ada bantuan dan doa dari berbagai pihak. Semoga Allah SWT membalas segala kebaikan semua pihak yang telah membantu. Penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca.

Penulis

2012



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

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

Nama : Tri Noriyanti
NPM : 0806364763
Program Studi : Ekstensi
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 Kalsium, Kadmium dan Timbal pada Susu Sapi 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 : Januari 2012

Yang menyatakan



(Tri Noriyanti)

vii

ABSTRAK

Nama : Tri Noriyanti
Program Studi : Sarjana Farmasi Ekstensi
Judul : Analisis Kalsium, Kadmium dan Timbal pada Susu Sapi secara Spektrofotometri Serapan Atom

Susu sapi memiliki perbedaan kadar kalsium pada masing-masing sampel yang dianalisis. Susu sapi dapat tercemar kadmium dan timbal, yang disebabkan karena pakan ternak sapi yang tercemar oleh polusi kendaraan bermotor, pakan ternak sapi yang mengandung pestisida yang diberikan secara berlebihan dan minuman atau air yang mengandung bahan pencemar, sehingga menimbulkan gangguan pada kesehatan. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kalsium, kadmium dan timbal pada susu "X" dari daerah Depok, susu "Y" dari swalayan dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan. Sampel didestruksi dengan menggunakan lempeng pemanas pada suhu 200°C selama kurang lebih 1 jam, dengan menggunakan asam nitrat pekat dan hidrogen peroksida pekat. Kalsium dianalisis pada panjang gelombang 422,7 nm, kadmium dianalisis pada panjang gelombang 228,8 nm dan untuk timbal dianalisis pada panjang gelombang 283,3 nm. Masing-masing diukur dengan spektrofotometer serapan atom. Kadar kalsium dalam susu "X" dari daerah Depok sebesar 38,45 ppm; susu "Y" dari swalayan sebesar 29,00 ppm dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan sebesar 30,72 ppm. Kadar kadmium dalam susu "X" dari daerah Depok sebesar 0,02 ppm; susu "Y" dari swalayan sebesar 0,02 ppm dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan sebesar 0,02 ppm. Kadar timbal dalam susu "X" dari daerah Depok sebesar 0,15 ppm; susu "Y" dari swalayan sebesar 0,07 ppm dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan sebesar 0,07 ppm. Cemaran timbal dalam susu melewati batas maksimum cemaran timbal berdasarkan Badan Standardisasi Nasional tahun 2009.

Kata kunci : spektrofotometri serapan atom, susu sapi, kalsium, kadmium, timbal

xiv + 71 halaman : 5 gambar; 27 tabel; 8 lampiran

Daftar acuan : 37 (1976-2010)

ABSTRACT

Name : Tri Noriyanti
Study Program : Sarjana Farmasi Ekstensi
Title : Analisis Calcium, Cadmium and Lead in Cow's Milk with Atomic Absorption Spectrophotometric

Every cow's milk samples have different concentration of calcium. Cow's milk can be contaminated by cadmium and lead, which is caused by animal feed contaminated from motor vehicle pollution, animal feed containing pesticide given to excess and drink or water that contains contaminants causing disturbance in health. This research aimed to analyze the calcium, cadmium and lead on the milk "X" from Depok, milk "Y" from supermarket and milk "Z" from South Jakarta. Sample was destruct by using hot plate at temperature 200°C for approximately 1 hour, using concentrated nitric acid and hydrogen peroxide. Calcium was analyzed at wavelength 422,7 nm, cadmium was analyzed at wavelength 228,8 nm, and lead was analyzed at wavelength 283,3 nm. Each measured by Atomic Absorption Spectrophotometer. Calcium levels in milk "X" from Depok was 38,45 ppm; milk "Y" from supermarket is 29,00 ppm and milk "Z" from South Jakarta was 30,72 ppm. Cadmium levels in milk "X" from Depok was 0,02 ppm; milk "Y" from supermarket is 0,02 ppm and milk "Z" from South Jakarta was 0,02 ppm. Lead levels in milk "X" from Depok was 0,15 ppm; milk "Y" from supermarket is 0,07 ppm and milk "Z" from South Jakarta was 0,07 ppm. Lead contamination in milk over the maximum levels of lead contamination base on Badan Standardisasi Nasional 2009.

Key word : atomic absorption spectrophotometric, cow's milk, calcium, cadmium, lead

xiv + 71 pages : 5 figures; 27 tables; 8 appendices
Bibliography : 37 (1976-2010)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR	v
HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS	vii
ABSTRAK	viii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan	2
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Susu	3
2.2 Kalsium	4
2.3 Kadmium	4
2.4 Timbal	5
2.5 Batas Cemaran Logam Kadmium dan Timbal	5
2.6 Spektrofotometri Serapan Atom	6
2.7 Validasi Metode Analisis	11
BAB 3 METODE PENELITIAN	15
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian	15
3.2 Alat	15
3.3 Bahan	15
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	23
4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi	23
4.2 Validasi Metode Analisis	25
4.3 Penyiapan Sampel dan Destruksi Sampel	28
4.4 Penentuan Kadar Kalsium, Kadmium dan Timbal dalam sampel	29
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	31
5.1 Kesimpulan	31
5.2 Saran	31
BAB 6 DAFTAR ACUAN	32

DAFTAR GAMBAR

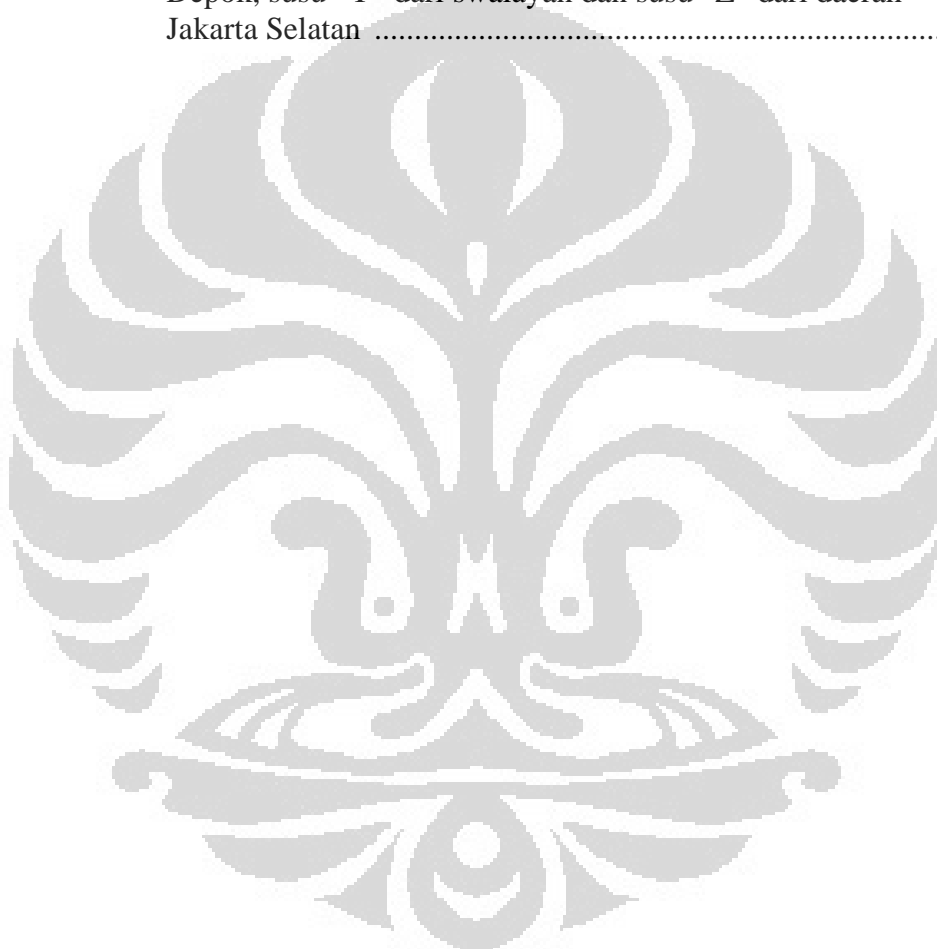
Gambar 4.1	Kurva kalibrasi kalsium	36
Gambar 4.2	Kurva kalibrasi kadmium	36
Gambar 4.3	Kurva kalibrasi timbal	37
Gambar 4.4	Larutan sampel hasil destruksi	38
Gambar 4.5	Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA 6300)	38



DAFTAR TABEL

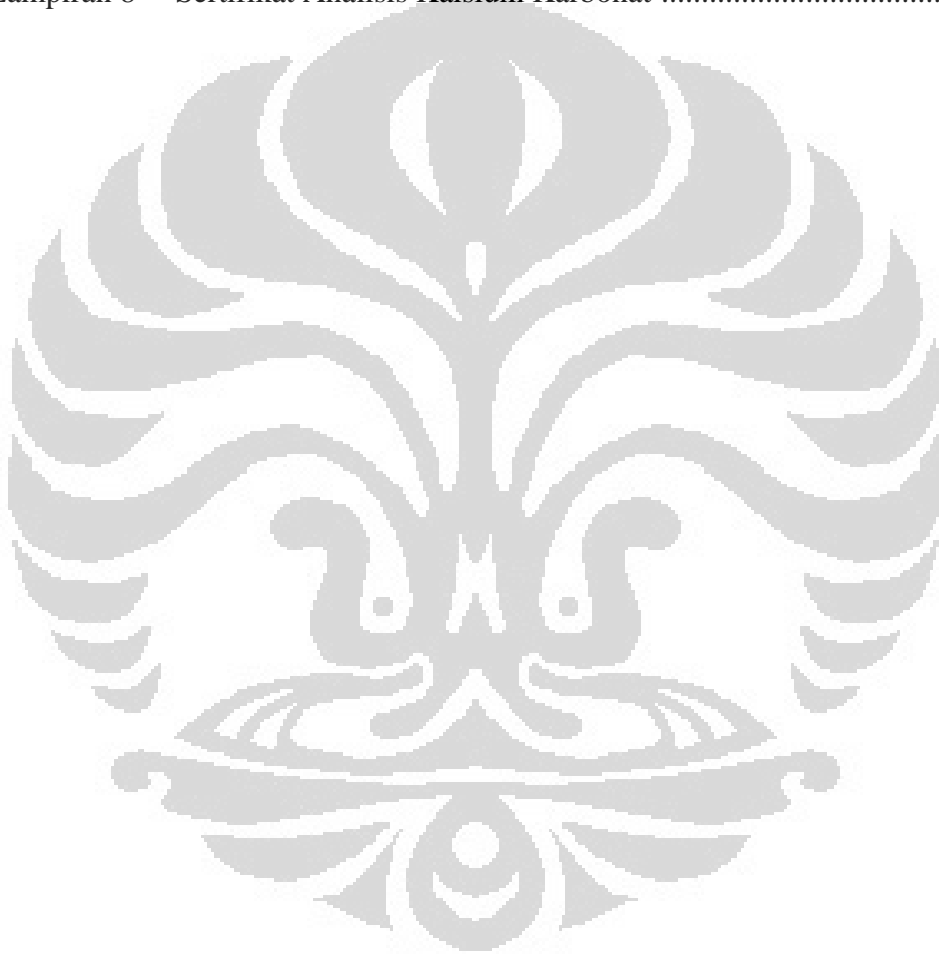
Tabel 3.1	Ketentuan alat spektrofotometer serapan atom	21
Tabel 4.1	Data serapan kalsium	39
Tabel 4.2	Data serapan kadmium	39
Tabel 4.3	Data serapan timbal	40
Tabel 4.4	Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) kalsium	41
Tabel 4.5	Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) kadmium	42
Tabel 4.6	Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) timbal	43
Tabel 4.7	Hasil uji presisi kalsium pada susu "X" dari daerah Depok	44
Tabel 4.8	Hasil uji presisi kalsium pada susu "Y" dari swalayan	44
Tabel 4.9	Hasil uji presisi kalsium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan	45
Tabel 4.10	Hasil uji presisi kadmium pada susu "X" dari daerah Depok	46
Tabel 4.11	Hasil uji presisi kadmium pada susu "Y" dari swalayan	47
Tabel 4.12	Hasil uji presisi kadmium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan	47
Tabel 4.13	Hasil uji presisi timbal pada susu "X" dari daerah Depok	48
Tabel 4.14	Hasil uji presisi timbal pada susu "Y" dari swalayan	49
Tabel 4.15	Hasil uji presisi timbal pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan	50
Tabel 4.16	Hasil uji perolehan kembali kalsium pada susu "X" dari daerah Depok	51
Tabel 4.17	Hasil uji perolehan kembali kalsium pada susu "Y" dari swalayan	52
Tabel 4.18	Hasil uji perolehan kembali kalsium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan	53
Tabel 4.19	Hasil uji perolehan kembali kadmium pada susu "X" dari daerah Depok	54
Tabel 4.20	Hasil uji perolehan kembali kadmium pada susu "Y" dari swalayan	55
Tabel 4.21	Hasil uji perolehan kembali kadmium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan	56
Tabel 4.22	Hasil uji perolehan kembali timbal pada susu "X" dari daerah Depok	57

Tabel 4.23	Hasil uji perolehan kembali timbal pada susu “Y” dari swalayan	58
Tabel 4.24	Hasil uji perolehan kembali timbal pada susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan	59
Tabel 4.25	Hasil penentuan kadar kalsium dalam susu “X” dari daerah Depok, susu “Y” dari swalayan dan susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan	60
Tabel 4.26	Hasil penentuan kadar kadmium dalam susu “X” dari daerah Depok, susu “Y” dari swalayan dan susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan	61
Tabel 4.27	Hasil penentuan kadar timbal dalam susu “X” dari daerah Depok, susu “Y” dari swalayan dan susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan	63



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1	Cara memperoleh persamaan garis linier.....	63
Lampiran 2	Cara perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi	64
Lampiran 3	Cara perhitungan simpangan baku dan koefisien variasi	65
Lampiran 4	Cara perhitungan uji perolehan kembali	66
Lampiran 5	Cara perhitungan penetapan kadar	67
Lampiran 6	Sertifikat Analisis Kadmium Sulfat Hidrat	68
Lampiran 7	Sertifikat Analisis Timbal (II) Nitrat	69
Lampiran 8	Sertifikat Analisis Kalsium Karbonat	70



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Susu segar merupakan cairan yang berasal dari ambing sapi sehat dan bersih, yang diperoleh dengan cara yang benar, yang kandungan alaminya tidak dikurangi atau ditambah sesuatu apapun dan belum mendapat perlakuan apapun kecuali proses pendinginan tanpa mempengaruhi kemurniannya (Badan Standardisasi Nasional, 1998). Susu mengandung nutrisi bernilai tinggi, yang penting untuk kesehatan tulang dan mengurangi resiko osteoporosis (Jensen, 1995). Akan tetapi produk susu memiliki permasalahan pada penyimpangan mutu susu yang disebabkan oleh pemalsuan susu. Pemalsuan susu tersebut terjadi karena penambahan bahan lain selain susu seperti penambahan air ke dalam susu (Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian, 1997; Badan Standardisasi Nasional, 1992). Penelitian terdahulu telah dilakukan penelitian terhadap kalsium pada susu sapi, dimana hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa kadar kalsium susu sapi murni lebih tinggi daripada kadar kalsium pada susu sapi yang beredar di pasaran (Alfian, 2004).

Susu sapi dapat tercemar kadmium dan timbal, yang disebabkan karena pakan ternak sapi yang tercemar oleh polusi kendaraan bermotor, pakan ternak sapi yang mengandung pestisida yang diberikan secara berlebihan dan minuman atau air yang mengandung bahan pencemar (polutan) (Boltea, 2010). Logam seperti kadmium dan timbal sangat berbahaya bila ditemukan dalam lingkungan dengan konsentrasi tinggi, karena logam tersebut dapat menyebabkan keracunan pada makhluk hidup sehingga menimbulkan gangguan kesehatan (Badan Standardisasi Nasional, 2009). Batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan untuk susu, yaitu kadmium sebesar 0,05 mg/kg sedangkan timbal sebesar 0,02 mg/kg (Badan Standardisasi Nasional, 2009).

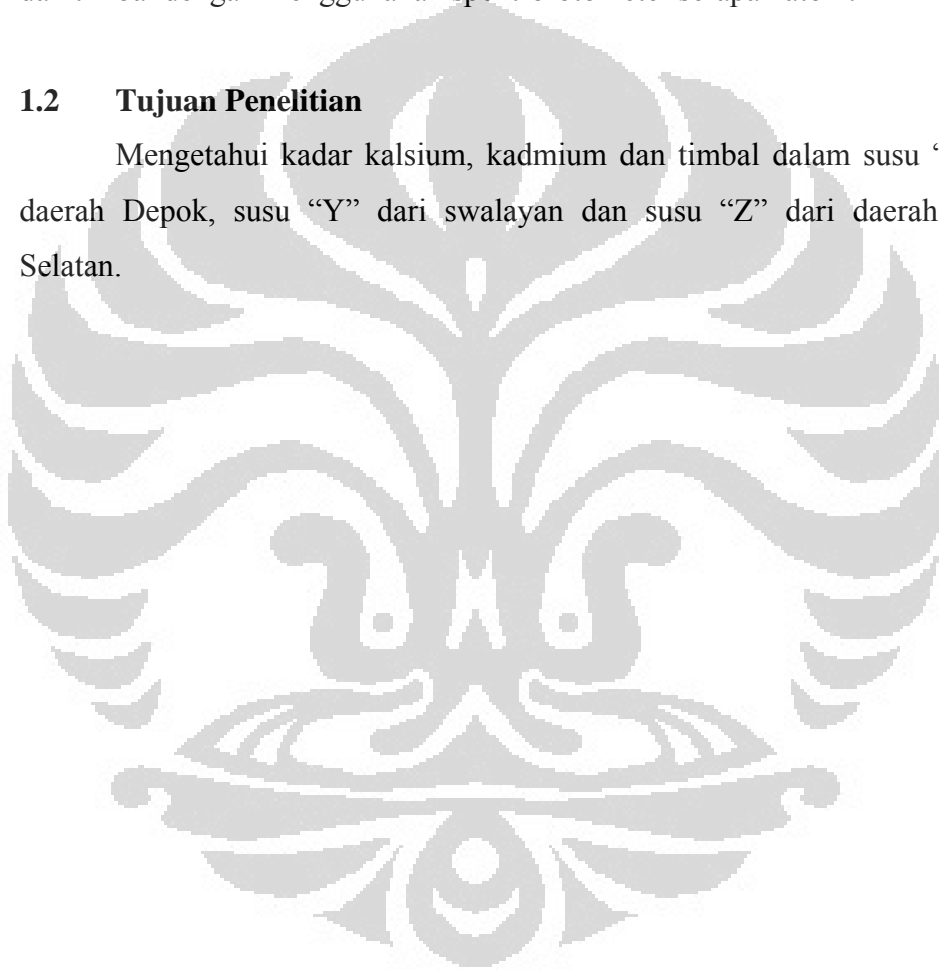
Penelitian-penelitian terdahulu telah ditemukan adanya susu sapi segar yang tercemar kadmium dan timbal. Salah satunya adalah penelitian susu sapi segar di Baia Mare yang mengandung kadmium dan timbal dalam jumlah yang

melebihi batas maksimum. Hal ini disebabkan karena pemberian pakan ternak yang telah tercemar oleh logam kadmium dan timbal (Boltea, 2010).

Udara, tanah dan air dapat tercemar oleh logam berat. Bila sumber pakan ternak berasal dari tanaman yang tumbuh didaerah tersebut, maka tanaman tersebut beresiko terkontaminasi logam berat dan akan berakumulasi di dalam tubuh ternak yang memakan pakan tersebut. Oleh karena itu dipandang perlu untuk dilakukan suatu penelitian terhadap kalsium, kadmium dan timbal dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom.

1.2 Tujuan Penelitian

Mengetahui kadar kalsium, kadmium dan timbal dalam susu “X” dari daerah Depok, susu “Y” dari swalayan dan susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan.



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Susu

Susu dapat didefinisikan sebagai sekresi normal dari kelenjar susu mamalia. Susu dan produk susu tidak hanya dikonsumsi untuk anak-anak, tetapi juga untuk dewasa. Susu dengan jenis yang berbeda, walaupun mengandung unsur-unsur yang sama, bervariasi dalam komposisi. Diantara sumber susu, susu sapi merupakan produk yang paling banyak dikonsumsi (Eckles, 1980).

Susu mengandung protein, lemak, laktosa, mineral dan vitamin (Jensen, 1995). Susu dapat diolah dalam bentuk cair antara lain susu pasteurisasi dan susu UHT (Vaclavic, 2008; Direktorat Bina Usaha Petani Ternak, 1983).

2.1.1 Susu pasteurisasi

Susu pasteurisasi adalah susu segar yang telah mengalami proses pemanasan pada suhu 63°-66°C selama minimum 30 menit atau pada pemanasan 72°C selama minimum 15 detik, kemudian segera didinginkan sampai 10°C, selanjutnya diperlakukan secara aseptis dan disimpan pada suhu maksimum 4,4°C (Badan Standardisasi Nasional, 1995).

Susu pasteurisasi dapat dilakukan dengan (Direktorat Bina Usaha Petani Ternak, 1983):

2.1.1.1 Secara sederhana :

Susu dipanaskan pada suhu 81°C selama 30 menit, dengan terus diaduk. Setelah itu susu segera didinginkan dan wadah dimasukkan ke dalam bak air dingin yang airnya mengalir.

2.1.1.2 Menggunakan alat khusus :

a. *Both-pasteuriser*

Susu segar dipanaskan pada suhu 68°C selama 20 menit, kemudian segera didinginkan sampai suhu 4°C.

b. **Pasteurisasi berkelanjutan**

Susu dipanaskan pada suhu $\pm 72^{\circ}\text{-}74^{\circ}\text{C}$ selama 15 detik kemudian disimpan dalam tanki penyimpanan susu. Susu dikemas memakai botol atau bentuk pengemas plastik.

2.1.2 Susu UHT

Susu UHT diperoleh dengan cara mensterilkan susu, minimal pada suhu 135°C selama 2 detik, dengan atau tanpa penambahan bahan makanan dan bahan tambahan makanan yang diijinkan, serta dikemas secara aseptik (Badan Standardisasi Nasional, 1998).

2.2 Kalsium

Kalsium merupakan mineral paling banyak dalam tubuh. Sebanyak 99% kalsium terdapat dalam tulang dan gigi serta sisanya sebesar 1%, terdapat dalam darah dan jaringan lunak. Bahan makanan yang kaya akan kalsium adalah susu dan hasil olahannya. Kalsium bersama dengan kasein, yang merupakan protein yang terdapat di dalam susu sapi membentuk kalsium kaseinat (Eckles, 1980).

2.3 Kadmium

Kadmium merupakan logam yang ditemukan alami dalam kerak bumi. Kadmium ditemukan sebagai mineral yang terikat dengan unsur lain seperti oksigen, klorin atau sulfur (Badan Standardisasi Nasional, 2009).

Kadmium dan senyawanya bersifat karsinogen dan bersifat racun kumulatif. Selain saluran pencernaan dan paru-paru, organ yang paling parah akibat mencerna kadmium adalah ginjal (Badan Standardisasi Nasional, 2009). Efek akut pajanan kadmium terutama mengakibatkan iritasi lokal. Setelah termakan, manifestasi klinisnya berupa mual, muntah-muntah dan nyeri perut; setelah penghirupan, efek yang ditimbulkannya antara lain adalah edema paru-paru dan pneumonitis kimia (Frank, 1995).

Kadmium banyak digunakan sebagai zat warna dan dalam industri baterai nikel kadmium. Sumber pencemaran kadmium antara lain dari

peningkatan kadmium melalui penggunaan pupuk fosfat, buangan industri yang menggunakan bahan bakar batu bara dan minyak (Alloway, 1995; Godt, 2006).

2.4 Timbal

Timbal sebagai logam berat merupakan unsur yang terbanyak di alam (Badan Standardisasi Nasional, 2009). Timbal masuk ke dalam tubuh manusia melalui sistem pernapasan dan pencernaan (Tong, 2000). Bayi, janin dalam kandungan dan anak-anak lebih sensitif terhadap paparan timbal karena timbal lebih mudah diserap pada tubuh yang sedang berkembang. Pada bayi dan anak-anak, paparan terhadap timbal yang berlebihan dapat menyebabkan kerusakan otak, penghambatan pertumbuhan anak-anak, kerusakan ginjal, gangguan pendengaran, mual, sakit kepala, kehilangan nafsu makan dan gangguan pada kecerdasan dan tingkah laku. Pada orang dewasa, timbal dapat menyebabkan peningkatan tekanan darah dan gangguan pencernaan; kerusakan ginjal; kerusakan saraf; sulit tidur; sakit otak dan sendi; perubahan mood dan gangguan reproduksi (Badan Standardisasi Nasional, 2009).

Timbal digunakan pada industri baterai, cat, pestisida dan paling banyak digunakan sebagai zat antiletup pada bensin yang mengandung tetra etil timbal yang dapat menimbulkan pencemaran lingkungan. Selain itu pencemaran timbal dapat berasal dari makanan yang terkontaminasi dan insektisida (Badan Standardisasi Nasional, 2009; Darmono, 1995; Windholz, 1976).

2.5 Batas Cemar Logam Kadmium dan Timbal

Batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan untuk susu berdasarkan Badan Standardisasi Nasional tahun 2009, yaitu kadmium sebesar 0,05 mg/kg sedangkan timbal sebesar 0,02 mg/kg.

2.6 Spektrofotometri Serapan Atom

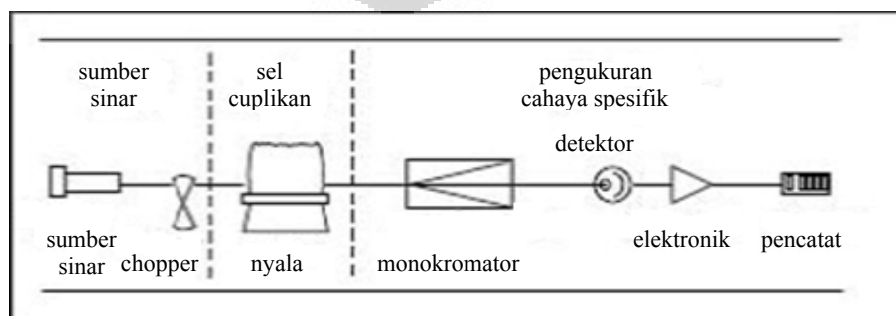
Spektrofotometri serapan atom digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dalam jumlah sekelumit (*trace*) dan sangat sekelumit (*ultratrace*). Cara analisis ini memberikan kadar total unsur logam dalam suatu sampel dan tidak bergantung pada bentuk molekul dari logam dalam sampel tersebut. Cara ini cocok untuk analisis kelumit logam karena dapat menentukan kadar logam dengan kepekaan yang tinggi (batas deteksi dengan konsentrasi yang sangat kecil, yaitu kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana dan interferensinya sedikit (Gandjar, 2007; Raimon, 1993).

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, 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, 1993; Welz, 2005).

2.6.2 Instrumentasi SSA

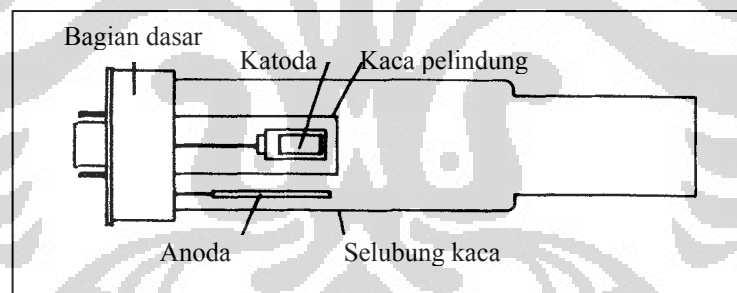
Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) atau *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) dapat dilihat pada gambar berikut ini :



Gambar 2.1 Skema alat spektrofotometer serapan atom (Welz, 2005)

2.6.2.1 Sumber Cahaya

Sumber cahaya yang paling populer adalah lampu hollow katode (HC Lamp). HC Lamp ini berbentuk silinder yang terbuat dari kaca. Bagian lampu mengandung gas inert, argon atau neon dibawah kondisi vakum (100-200 Pa). Katode berisi analit dalam bentuk logam murni atau campuran dan anoda. Arus yang digunakan bervariasi antara 5 dan 30 mA dan harus dioptimalkan untuk memberikan intensitas terbaik tanpa menyebabkan efek linereversal. Inert gas akan terionisasi dan aliran ion positif dari gas akan dipercepat menuju katoda. Energi-energi yang berbenturan cukup untuk menyebabkan beberapa atom dalam katoda berubah menjadi atom-atom gas yang dihasilkan oleh suatu proses yang disebut *sputtering*. Atom ini selanjutnya akan berinteraksi karena adanya tabrakan dengan elektron dan ion yang kemudian akan memancarkan panjang gelombang spesifiknya. Beberapa perangkat HC Lamp adalah multi elemen, bahan katode yang mengandung analit untuk menggabungkan beberapa unsur analit (Vandecasteele, 1993; Aras, 2006).



Gambar 2.2 Lampu hollow katode (HC Lamp) (Chantle, 1982)

2.6.2.2 Monokromator

Monokromator dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Di samping sistem optik, dalam monokromator juga terdapat suatu alat yang digunakan untuk memisahkan radiasi resonansi dan kontinyu yang disebut *chopper* (Khopkar, 2007).

2.6.2.3 Detektor

Digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Biasanya digunakan tabung penggandaan foton (*photomultiplier*

tube). Ada dua cara yang dapat digunakan dalam sistem deteksi, yaitu cara yang memberikan respon terhadap radiasi resonansi dan radiasi kontinyu, serta cara yang hanya memberikan respon terhadap radiasi resonansi (Gandjar, 2007).

2.6.2.4 Rekorder

Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva dari suatu rekorder yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Gandjar, 2007).

2.6.2.5 Alat Atomisasi (*Atomizer Unit*)

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

Fungsi *atomizer unit* adalah menghasilkan sebanyak mungkin atom bebas pada *ground state* dan mempertahankan volume absorpsi selama mungkin. Distribusi atom harus sebisa mungkin homogen dalam volume absorpsi agar sesuai dengan kebutuhan hukum Lambert-Beer. Jalannya atomisasi, seperti transfer sampel, khususnya analit, ke dalam bentuk atom bebas pada fase gas, adalah proses yang penting dalam analisis dengan SSA. Keberhasilan atau kegagalan pemisahan tergantung pada cara atomisasi. Sensitivitas pemisahan berkaitan langsung dengan derajat atomisasi dan waktu tinggal analit atom pada volume absorpsi. Akhirnya, gangguan yang tidak dikenal pada SSA tidak hanya mempengaruhi jumlah analit atom yang dihasilkan, juga secara absolut persatuan waktu, atau distribusi ruangnya dalam *atomizer*.

Kriteria yang paling penting dalam pemilihan *atomizer* yang sesuai untuk analisis ditentukan dengan konsentrasi analit dalam sampel analisis, jumlah analit yang ada, dan bentuk sampel (padat, larutan). Teknik *furnace* memperlihatkan sensitivitas yang lebih baik dari nyala. Kriteria penting lainnya

adalah sifat analit itu sendiri, pertimbangan *atomizer* bermacam-macam pada kesesuaiannya untuk mengatomisasi analit secara individual sebagai hasil temperatur dan reaksi kimia pada berbagai tipe *atomizer* (Gandjar, 2007; Khopkar, 2007).

2.6.3 Penyiapan Sampel

Ada dua tipe pengabuan, yaitu pengabuan kering dan pengabuan basah (Nielsen, 2010) :

2.6.3.1 Pengabuan Basah

Pengabuan basah disebut juga oksidasi basah atau digesti basah. Kegunaan utamanya adalah untuk mempersiapkan analisis mineral tertentu dan logam beracun. Seringkali laboratorium pengujian analisis hanya menggunakan pengabuan basah dalam penyusunan sampel untuk analisis mineral tertentu seperti besi, tembaga, seng dan fosfor, karena adanya penguapan selama pengabuan kering (Nielsen, 2010).

Ada beberapa keuntungan menggunakan pengabuan basah, yaitu mineral tetap dalam larutan dan ada sedikit atau tidak ada kerugian penguapan karena suhunya rendah, dan waktu oksidasinya singkat. Kekurangannya adalah membutuhkan lebih banyak perhatian dari operator, memerlukan reagen korosif dan hanya sejumlah kecil sampel yang dapat ditangani pada satu waktu. Hanya asam tunggal yang digunakan dalam pengabuan basah, tidak memberikan oksidasi yang sempurna dan cepat dari bahan-bahan organik, sehingga campuran asam sering digunakan, kombinasi dari asam yang sering digunakan, yaitu asam nitrat, asam sulfur-hidrogen peroksida dan asam perklorat (Nielsen, 2010).

2.6.3.2 Pengabuan Kering

Pengabuan kering dilakukan dengan menempatkan sampel dalam krus inert dan pemanasan di dalam tungku pada suhu 450°-550°C. Bahan krus bisa berupa kuarsa, porselen atau platina (Aras and O. Yavuz, 2006).

Keuntungan dari konvensional pengabuan kering adalah metodenya lebih aman, karena tidak membutuhkan penambahan atau pengurangan reagen dan sedikit perhatian yang diperlukan pada saat pengapian dimulai. Kerugian dari pengabuan kering yaitu membutuhkan waktu yang lama (12-18 jam) atau seharian dan biaya peralatannya mahal. Pengabuan kering akan kehilangan elemen volatile dan interaksi antara komponen mineral dengan krus. Elemen volatile yang beresiko hilang termasuk kadmium, timbal, merkuri dan selenium (Mitra, 2003; Nielsen, 2010).

2.6.4 Gangguan pada Spektrofotometer 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. Gangguan ini jarang dijumpai pada SSA karena penggunaan sumber cahaya yang spesifik untuk unsur yang bersangkutan. Jarak antara spektrum yang satu dengan yang lain kurang dari 0,01 nm (Harmita, 2006; Vandecasteele, 1993).

2.6.4.2 Gangguan Fisika

Sifat-sifat fisika dari larutan yang diperiksa akan menentukan intensitas emisi larutan zat yang diperiksa. Perubahan viskositas larutan dapat mempengaruhi laju penyemprotan ke dalam nyala. Oleh karena itu, sifat-sifat fisika zat yang diperiksa dan larutan pembanding harus sama. Sifat ini dapat diperbaiki dengan menggunakan pelarut organik sehingga sensitivitas dapat dinaikkan sampai 3 atau 5 kali bila dibandingkan dengan pelarut air (Harmita, 2006; Vandecasteele, 1993).

2.6.4.3 Gangguan Kimia

a. Bentuk Uap

Gangguan kimia biasanya memperkecil jumlah atom pada level energi terendah (*ground state*). Dalam nyala, atom dalam bentuk uap dapat berkurang karena terbentuknya senyawa seperti oksida atau klorida, atau karena

terbentuknya ion. Dengan menggunakan nyala yang cocok atau dengan menambahkan unsur yang lebih mudah terionisasi dalam jumlah berlebih, gangguan ini dapat dikurangi (Harmita, 2006).

b. Bentuk Padat

Gangguan bentuk padat disebabkan karena terbentuknya senyawa yang sukar menguap atau sukar terdisosiasi dalam nyala (Harmita, 2006).

2.7 Validasi Metode Analisis

Sebelum metode analisis baru atau teknik persiapan sampel diterapkan, harus dilakukan validasi. Berbagai parameter analisis perlu ditentukan selama proses validasi (Mitra, 2003).

2.7.1 Kecermatan (Akurasi)

Penyimpangan dari nilai sebenarnya adalah ukuran kesalahan sistematis. Hal ini sering diperkirakan sebagai penyimpangan dari rata-rata dari nilai sebenarnya. Nilai sebenarnya mungkin tidak diketahui. Untuk tujuan perbandingan, pengukuran dengan metode tertentu atau oleh lembaga terakreditasi diterima sebagai nilai sebenarnya (Mitra, 2003).

Kecermatan ditentukan dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*). Kriteria cermat diberikan jika hasil analisis memberikan nilai antara 98% - 102%. Untuk sampel biologis dan nabati, syarat akurasi yang baik adalah 80% - 120% (Harmita, 2006).

2.7.2 Keseksamaan (Presisi)

Presisi adalah ukuran reproduksibilitas dan dipengaruhi oleh kesalahan acak. Karena semua pengukuran mengandung kesalahan acak, hasil dari pengukuran tunggal tidak dapat diterima sebagai nilai sebenarnya. Perkiraan kesalahan ini diperlukan untuk memprediksi rentang nilai sebenarnya yang mungkin ada, dan ini dilakukan dengan mengulang pengukuran beberapa kali. Dua parameter penting, nilai rata-rata dan variabilitas pengukuran, diperoleh

dari proses ini (Mitra, 2003). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi untuk kadar satu per sejuta (ppm) adalah 16% dan untuk kadar satu per semilyar (ppb) adalah 32% (Workman, 2006).

Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel dan kondisi laboratorium. Dari penelitian dijumpai bahwa koefisien variasi meningkat dengan menurunnya kadar analit yang dianalisis (Harmita, 2006; WHO, 1992).

2.7.3 Selektivitas (Spesifisitas)

Selektivitas atau spesifisitas metode adalah ukuran kemampuan untuk membedakan dari prosedur analisis yang diberikan dalam membedakan antara komponen analit dan gangguan komponen lain dalam sampel uji (Burgess, 2000).

2.7.4 Linearitas dan Rentang

Linearitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberikan respon secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematika yang baik dan proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran yang diberikan (Gandjar, 2007).

Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan dan linearitas yang dapat diterima (Gandjar, 2007).

2.7.5 Uji Sensitivitas (Batas Deteksi dan Batas Kuantitas)

Sensitivitas dari metode adalah derajat kemampuan untuk membedakan antara dua konsentrasi atau jumlah analit. Ketika diterapkan pada metode analisis komparatif, kemiringan kurva kalibrasi digunakan sebagai ukuran terbaik dari sensitivitas dan dikenal sebagai sensitivitas kalibrasi (Aras, 2006).

Batas deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi terendah atau berat analit yang akan diukur pada tingkat kepercayaan tertentu (Mitra, 2003).

Batas kuantitasi adalah tingkat konsentrasi terendah dimana pengukuran kuantitatif yang bermakna. Untuk semua tujuan praktis, batas atas kuantisasi adalah titik di mana kurva kalibrasi menjadi nonlinier (Mitra, 2003).

2.7.6 Ketangguhan Metode (*Ruggedness*)

Ketangguhan metode adalah ukuran daya tahan, kemampuan untuk menangani kondisi yang merugikan (Mitra, 2003).

2.7.7 Kekuatan (*Robustness*)

Kemampuan dari prosedur untuk memberikan hasil analisis yang dapat diterima akurasi dan presisi dalam kondisi bervariasi (WHO, 1992).

2.8 Beberapa Metode Analisis

2.8.1 Metode Destruksi Kalsium

Sampel susu sebanyak 20 ml, dimasukkan ke dalam cawan penguap, selanjutnya didestruksi dengan asam klorida pekat dan didiamkan selama satu malam. Hasil destruksi tersebut diuapkan sampai kering di penangas air, kemudian dilarutkan kembali dengan asam klorida 10%, lalu disaring. Filtrat yang diperoleh dimasukkan ke dalam labu ukur 250 ml, lalu diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas dan diatur pada pH 3 dengan natrium hidroksida, lalu dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (Alfian, 2004).

2.8.2 Metode Destruksi Kalsium, Kadmium dan Timbal

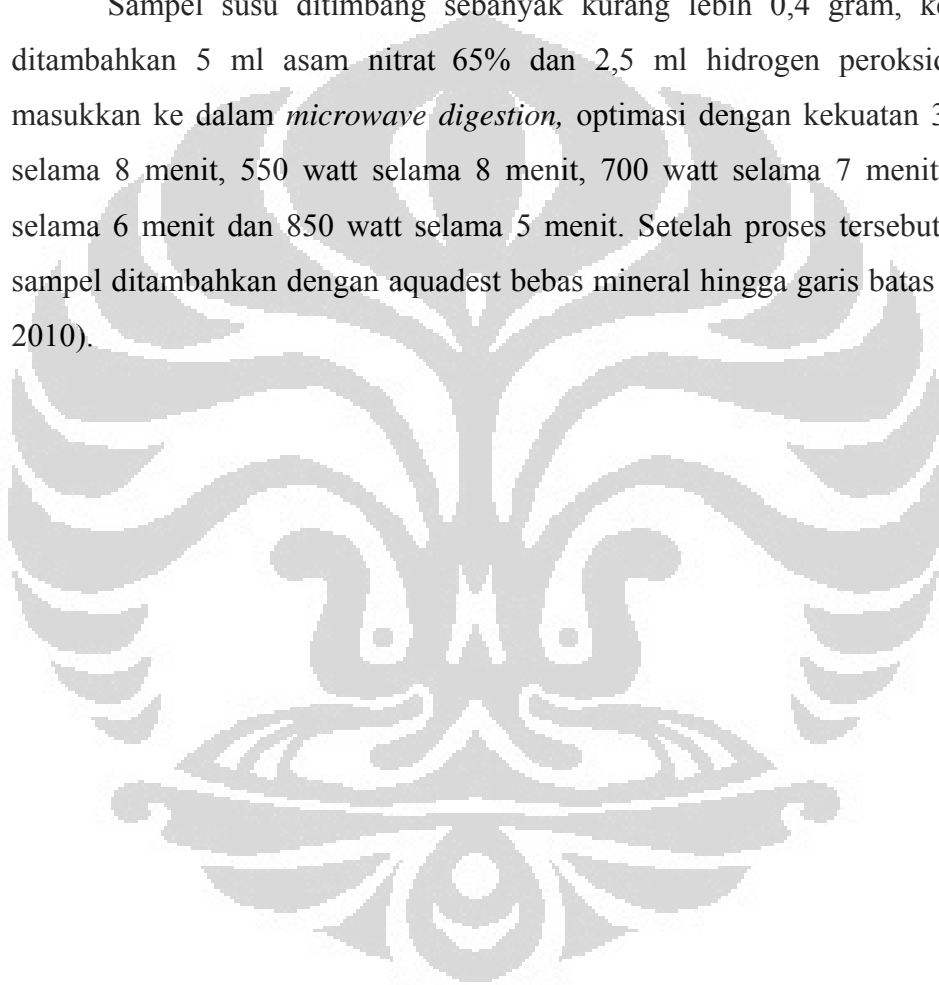
Sampel susu ditimbang sebanyak kurang lebih 0,5 gram, kemudian ditambahkan 10 ml asam nitrat 65% dan 2 ml hidrogen peroksida 30% di dalam bejana. Bejana tersebut dimasukkan ke dalam *microwave digestion*, optimasi dengan kekuatan 250 watt selama 1 menit, 0 watt selama 1 menit, 250 watt selama 6 menit, 400 watt selama 5 menit dan 600 watt selama 5 menit. Setelah cukup dingin, sampel dikeluarkan dari bejana, lalu ditambahkan dengan aquadest bebas mineral sebanyak 35 ml (Qin, 2009).

2.8.3 Metode Destruksi Kadmium dan Timbal

Sampel susu ditimbang sebanyak kurang lebih 0,5 gram, kemudian ditambahkan 6 ml asam nitrat 65% dan 1 ml hidrogen peroksida 30%, masukkan ke dalam *microwave digestion*, lalu dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (Pavlovic, 2004).

2.8.4 Metode Destruksi Kalsium, Kadmium dan Timbal

Sampel susu ditimbang sebanyak kurang lebih 0,4 gram, kemudian ditambahkan 5 ml asam nitrat 65% dan 2,5 ml hidrogen peroksida 30%, masukkan ke dalam *microwave digestion*, optimasi dengan kekuatan 350 watt selama 8 menit, 550 watt selama 8 menit, 700 watt selama 7 menit, 0 watt selama 6 menit dan 850 watt selama 5 menit. Setelah proses tersebut selesai, sampel ditambahkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas (Castro, 2010).



BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Penelitian Kimia Kualitatif, Departemen Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia, Depok pada bulan Maret hingga Mei 2011.

3.2 Alat

Alat yang digunakan adalah spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6300), lempeng pemanas, lampu katoda berongga kalsium, kadmium dan timbal, mikropipet (Socorex), kertas saring whatman no.41 dan alat-alat gelas.

3.3 Bahan

Bahan uji yang digunakan adalah susu “X” dari daerah Depok, susu “Y” dari swalayan, susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan, kalsium karbonat 1000 ppm (Fluka), kadmium sulfat hidrat (Merck), timbal (II) nitrat (Merck), asam nitrat pekat (Merck), hidrogen peroksida pekat (Merck), aquadest bebas mineral (CV. Bening Rezeki).

3.3.1 Pembuatan Larutan Standar

3.3.1.1 Larutan Standar Kadmium

Kadmium sulfat hidrat ditimbang $\pm 0,2315$ gram, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml dan ditambahkan aquadest bebas mineral dan 5 ml asam nitrat 0,1 M. Setelah itu, diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas, sehingga didapatkan larutan standar 1000 ppm (AOAC, 2006).

3.3.1.2 Larutan Standar Timbal

Timbal (II) nitrat ditimbang $\pm 0,1606$ gram, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml dan ditambahkan 5 ml asam nitrat 0,1 M. Setelah itu,

diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas, sehingga didapatkan larutan standar 1000 ppm (AOAC, 2006).

3.3.2 Pembuatan Kurva Kalibrasi

3.3.2.1 Kurva Kalibrasi Kalsium

Larutan standar kalsium 1000 ppm dipipet sebanyak 10 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml. Larutan diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas kemudian dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 100 ppm.

Larutan 100 ppm tersebut, dipipet masing-masing sebanyak 5,0 ml; 10,0 ml; 20,0 ml dan 30,0 ml. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, kemudian diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas, dan dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 5 ppm; 10 ppm; 20 ppm dan 30 ppm. Dari larutan standar kalsium 1000 ppm, dipipet masing-masing sebanyak 4,0 ml dan 5,0 ml. Larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, kemudian diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas, dan dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 40 ppm dan 50 ppm. (Greenberg, 1992).

Larutan standar kalsium tersebut masing-masing diukur serapannya menggunakan spektrofotometer serapan atom, lalu diplot ke dalam kurva kalibrasi.

3.3.2.2 Kurva Kalibrasi Kadmium

Larutan standar kadmium 1000 ppm dipipet sebanyak 0,1 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml. Larutan diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas kemudian dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 1 ppm.

Larutan 1 ppm tersebut dipipet masing-masing 2,0 ml; 4,0 ml; 5,0 ml; 6,0 ml; 8,0 ml dan 9,0 ml. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, kemudian diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas, dan dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 0,02 ppm; 0,04 ppm; 0,05 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm dan 0,09 ppm.

Larutan standar kadmium tersebut masing-masing diukur serapannya menggunakan spektrofotometer serapan atom, lalu diplot ke dalam kurva kalibrasi.

3.3.2.3 Kurva Kalibrasi Timbal

Larutan standar timbal 1000 ppm dipipet sebanyak 0,1 ml kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml. Larutan diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas kemudian dikocok hingga homogen, sehingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 1 ppm.

Larutan 1 ppm tersebut, dipipet masing-masing sebanyak 1,0 ml; 2,0 ml; 6,0 ml; 8,0 ml; 10,0 ml dan 20,0 ml. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 ml, kemudian diencerkan dengan aquadest bebas mineral hingga garis batas, dan dikocok hingga homogen sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 0,01 ppm; 0,02 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm; 0,1 ppm dan 0,2 ppm.

Larutan standar timbal tersebut masing-masing diukur serapannya menggunakan spektrofotometer serapan atom, setelah itu diplot ke dalam kurva kalibrasi.

3.4 Validasi Metode Analisis

3.4.1 Uji Linearitas

Hasil plot kurva kalibrasi dihitung untuk mendapatkan faktor kelinearan garis, yaitu r dan V_{x0} (Harmita, 2006).

3.4.2 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 :

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

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

Keterangan :

Nilai b merupakan nilai kemiringan (*slope*) dari persamaan kurva kalibrasi $y = a + bx$ dan $S_{(y/x)}$ diperoleh dengan menggunakan rumus sebagai berikut, (Harmita, 2006).

$$S_{(y/x)} = \sqrt{\frac{(\sum(y-y_i))^2}{n-2}} \quad (3.3)$$

3.4.3 Kecermatan (Akurasi) dan Presisi

Kecermatan dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK). Uji perolehan kembali dilakukan dengan menggunakan metode adisi, yaitu penambahan larutan standar ke dalam sampel dan tanpa penambahan larutan standar ke dalam sampel (sebagai blanko). Dilakukan dengan cara mengukur serapan dari sampel yang ditambahkan dengan standar pada tiga konsentrasi, yaitu konsentrasi rendah, sedang dan tinggi. Uji presisi dapat dilakukan melalui prosedur yang sama dengan akurasi. Presisi dapat diketahui dengan menghitung koefisien variasi.

Untuk uji perolehan kembali kalsium, sampel ditimbang sebanyak ± 10 gram di dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 10 ml asam nitrat pekat dan 4 ml hidrogen peroksida pekat, yang dibuat 4 kelompok. Kelompok pertama, tidak ditambahkan larutan standar kalsium (berfungsi sebagai blanko). Pada kelompok kedua, ketiga dan keempat ditambahkan secara berturut-turut sebanyak 50,0 μ l; 300,0 μ l dan 500,0 μ l dari larutan standar kalsium konsentrasi 1000 ppm. Erlenmeyer tersebut dipanaskan di atas lempeng pemanas pada suhu 200°C sampai didapatkan larutan dalam keadaan jernih dan terlarut yang berwarna kuning, selama ± 1 jam. Diamkan hasil destruksi tersebut hingga dingin. Larutan hasil destruksi tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 ml, yang disaring dengan menggunakan kertas saring whatman no.41. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga garis batas dengan aquadest bebas mineral,

kemudian dipindahkan ke dalam vial sehingga didapatkan konsentrasi akhir 5 ppm; 30 ppm dan 50 ppm. Hal tersebut dilakukan 6 kali ulangan.

Untuk uji perolehan kembali kadmium, sampel ditimbang sebanyak ± 10 gram di dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 10 ml asam nitrat pekat dan 4 ml hidrogen peroksida pekat, yang dibuat 4 kelompok. Kelompok pertama, tidak ditambahkan larutan standar kadmium (berfungsi sebagai blangko). Pada kelompok kedua, ketiga dan keempat ditambahkan secara berturut-turut sebanyak 200,0 μ l; 600,0 μ l dan 900,0 μ l dari larutan standar kadmium konsentrasi 1 ppm. Erlenmeyer tersebut dipanaskan di atas lempeng pemanas pada suhu 200 °C sampai didapatkan larutan dalam keadaan jernih dan terlarut yang berwarna kuning, selama ± 1 jam. Diamkan hasil destruksi tersebut hingga dingin. Larutan hasil destruksi tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 ml, yang disaring dengan menggunakan kertas saring whatman no.41. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga garis batas dengan aquadest bebas mineral, kemudian dipindahkan ke dalam vial sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,02 ppm; 0,06 ppm dan 0,09 ppm. Hal tersebut dilakukan 6 kali ulangan.

Untuk uji perolehan kembali timbal, sampel ditimbang sebanyak ± 10 gram di dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 10 ml asam nitrat pekat dan 4 ml hidrogen peroksida pekat, yang dibuat 4 kelompok. Kelompok pertama, tidak ditambahkan larutan standar timbal (berfungsi sebagai blangko). Pada kelompok kedua, ketiga dan keempat ditambahkan secara berturut-turut sebanyak 100,0 μ l; 600,0 μ l dan 2 ml dari larutan standar timbal konsentrasi 1 ppm. Erlenmeyer tersebut dipanaskan di atas lempeng pemanas pada suhu 200°C sampai didapatkan larutan dalam keadaan jernih dan terlarut yang berwarna kuning, selama ± 1 jam. Diamkan hasil destruksi tersebut hingga dingin. Larutan hasil destruksi tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 ml, yang disaring dengan menggunakan kertas saring whatman no. 41. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga garis batas dengan aquadest bebas mineral, kemudian dipindahkan ke dalam vial sehingga didapatkan konsentrasi akhir 0,02 ppm; 0,06 ppm dan 0,09 ppm. Hal tersebut dilakukan 6 kali ulangan.

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

$$UPK = \frac{C2 - C1}{S} \times 100\% \quad (3.4)$$

Keterangan :

C1 = kadar sampel yang tidak ditambah standar

C2 = kadar sampel yang ditambah standar

S = kadar standar yang ditambahkan

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

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (3.5)$$

$$KV = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (3.6)$$

3.5 Penyiapan Sampel

3.5.1 Pemilihan Sampel

Sampel yang digunakan adalah susu sapi. Sampel tersebut yaitu susu "X" yang diperoleh dari daerah Depok, susu "Y" yang diperoleh dari swalayan dan susu "Z" yang diperoleh dari daerah Jakarta Selatan. Jumlah seluruh susu sapi yang digunakan pada penelitian ini adalah 3 susu sapi.

"X" pada susu "X" yang diperoleh dari daerah Depok, menunjukkan sampel tersebut diproduksi oleh "X" yang dibeli di peternakan di daerah Depok. Sampel tersebut berisikan 200 ml. "Y" pada susu "Y" yang diperoleh dari swalayan, menunjukkan merek "Y" yang dibeli di swalayan. Sampel tersebut berisikan 820 ml. "Z" pada susu "Z" yang diperoleh dari daerah Jakarta Selatan, menunjukkan susu yang tidak berlabel yang dijual ke masyarakat, yang berasal dari daerah Jakarta Selatan. Sampel tersebut berisikan 500 ml.

3.5.2 Metode Destruksi Sampel untuk Analisis Kalsium, Kadmium dan Timbal

Jenis destruksi yang digunakan adalah destruksi basah. Sampel ditimbang ± 10 gram di dalam erlenmeyer, kemudian ditambahkan 10 ml larutan asam nitrat pekat dan 4 ml hidrogen peroksida pekat. Panaskan erlenmeyer tersebut di atas lempeng pemanas dengan suhu 200°C , sampai didapatkan larutan dalam keadaan jernih dan terlarut yang berwarna kuning, selama ± 1 jam. Diamkan hasil destruksi tersebut hingga dingin. Larutan hasil destruksi tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 ml. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga garis batas dengan aquadest bebas mineral, kemudian dipindahkan ke dalam vial.

3.6 Penentuan Kadar Kadmium dan Timbal dalam Sampel

Penentuan kadar dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) dengan ketentuan alat sebagai berikut :

Tabel 3.1 Ketentuan alat spektrofotometer serapan atom (Shimadzu, 2007)

	Kalsium	Kadmium	Timbal
Panjang gelombang (nm)	422,7	228,8	283,3
Gas pembakar	Asetilen	Asetilen	Asetilen
Kecepatan aliran gas pembakar (liter/menit)	2,0	1,8	2,0
Gas pengoksida	Udara	Udara	Udara
Kecepatan aliran gas pengoksida (liter/menit)	15,0	15,0	15,0
Tinggi burner (mm)	7	7	7

a. Kalsium

Pengukuran sampel dilakukan setelah pembuatan kurva kalibrasi larutan standar kalsium dengan konsentrasi 5 ppm; 10 ppm; 20 ppm; 30 ppm; 40 ppm dan 50 ppm. Serapan sampel yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan kadarnya.

b. Kadmium

Pengukuran sampel dilakukan setelah pembuatan kurva kalibrasi larutan standar kadmium dengan konsentrasi 0,02 ppm; 0,04 ppm; 0,05 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm dan 0,09 ppm. Serapan sampel yang diperoleh kemudian dimasukkan ke dalam persamaan kurva kalibrasi sehingga didapatkan kadarnya

c. Timbal

Pengukuran sampel dilakukan setelah pembuatan kurva kalibrasi larutan standar timbal dengan konsentrasi 0,01 ppm; 0,02 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 kadarnya.



BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kalsium dan kemungkinan terdapat cemaran kadmium dan timbal dalam susu "X" dari daerah Depok, susu "Y" dari swalayan dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan, sehingga dapat diketahui susu tersebut layak untuk dikonsumsi atau tidak.

Susu memiliki perbedaan kadar kalsium pada setiap sampel yang akan dianalisis. Pencemaran logam pada susu sapi berasal dari pakan ternak sapi yang tercemar oleh polusi kendaraan bermotor, pakan ternak sapi yang mengandung pestisida yang diberikan secara berlebihan dan minuman atau air yang mengandung bahan pencemar (polutan) (Boltea, 2010). Analisa dalam penelitian ini menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom, karena dapat menentukan kadar logam dengan kepekaan yang tinggi (batas deteksi dengan konsentrasi yang sangat kecil, yaitu kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana, dan interferensinya sedikit (Gandjar, 2007; Raimon, 1993).

4.1 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Konsentrasi sampel dapat dihitung dengan persamaan garis linear kurva kalibrasi. Sebelum melakukan pembuatan kurva kalibrasi, untuk kadmium dan timbal dilakukan dengan membuat larutan standar terlebih dahulu.

Larutan standar kadmium ditimbang sebanyak 0,2315 gram, yang diperoleh dari perhitungan konversi dengan menggunakan berat molekul kadmium sulfat hidrat dan kadmium. Selain itu memperhitungkan kadar kadmium yang terdapat dalam sertifikat analisis, yaitu sebesar 98,5%. Sehingga di dalam 0,2315 gram serbuk kadmium sulfat hidrat terdapat 0,1000 gram kadmium. Selanjutnya dilakukan pembuatan larutan standar kadmium, sehingga diperoleh larutan standar kadmium dengan konsentrasi 1000 ppm.

Larutan standar timbal ditimbang sebanyak 0,1606 gram, yang diperoleh dari perhitungan konversi dengan menggunakan berat molekul timbal (II) nitrat dan timbal. Selain itu memperhitungkan kadar timbal yang terdapat dalam sertifikat analisis, yaitu sebesar 99,6%. Sehingga di dalam 0,1606 gram serbuk timbal (II) nitrat terdapat 0,1000 gram timbal. Selanjutnya dilakukan pembuatan

larutan standar timbal, sehingga diperoleh larutan standar timbal dengan konsentrasi 1000 ppm.

Rentang konsentrasi pembuatan kurva kalibrasi masing-masing logam disesuaikan, sehingga konsentrasi logam dalam sampel yang diteliti berada dalam rentang tersebut. Larutan standar masing-masing logam diencerkan untuk mendapatkan konsentrasi yang diinginkan. Pengenceran kadmium dan timbal harus dilakukan dengan hati-hati, karena logam tersebut sangat berbahaya bila bersentuhan langsung dengan tubuh atau bila terhirup, dan harus dilakukan dengan sangat teliti karena kesalahan dalam pengenceran bisa berpengaruh terhadap serapan yang dihasilkan.

Kurva kalibrasi kalsium dengan 6 konsentrasi, yaitu 5 ppm; 10 ppm; 20 ppm; 30 ppm; 40 ppm dan 50 ppm diperoleh dari pengenceran larutan standar kalsium 1000 ppm. Persamaan garis linear yang diperoleh adalah $y = 0,002446x + 0,007738$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9997. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Tabel 4.1.

Kurva kalibrasi kadmium dengan 6 konsentrasi, yaitu 0,02 ppm; 0,04 ppm; 0,05 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm dan 0,09 ppm diperoleh dari pengenceran larutan standar kadmium 1000 ppm. Persamaan garis linear yang diperoleh adalah $y = 0,41x - 0,001350$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9997. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Tabel 4.2.

Kurva kalibrasi timbal dengan 6 konsentrasi, yaitu 0,01 ppm; 0,02 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm; 0,1 ppm dan 0,2 ppm diperoleh dari pengenceran larutan standar timbal 1000 ppm. Persamaan garis linear yang diperoleh adalah $y = 0,038578x + 0,0005447$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9996. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Tabel 4.3.

4.2 Validasi Metoda Analisis

Sebelum metode analisis dalam penelitian ini dilaksanakan, harus divalidasi terlebih dahulu, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Validasi perlu dilakukan pada metode analisis yang baru dikembangkan, pengembangan dari metode analisis yang sudah ada sebelumnya atau penggunaan metode yang sudah ada sebelumnya namun pada kondisi yang berbeda.

4.2.1 Uji Linearitas

Garis dari persamaan kurva kalibrasi dinyatakan memenuhi syarat uji linearitas apabila koefisien korelasi $r \geq 0,9990$, $V_{x0} \leq 5,0\%$. Persamaan garis kurva kalibrasi yang diperoleh kalsium yaitu $y = 0,002446x + 0,007738$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9997, nilai V_{x0} sebesar 1,92%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.1 dan Tabel 4.1. Persamaan garis kurva kalibrasi yang diperoleh kadmium yaitu $y = 0,41x - 0,001350$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9997, nilai V_{x0} sebesar 1,21%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.2 dan Tabel 4.2. Persamaan garis kurva kalibrasi yang diperoleh timbal yaitu $y = 0,038578x + 0,0005447$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9996, nilai V_{x0} sebesar 2,64%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 4.3 dan Tabel 4.3.

Dari ketiga persamaan kurva kalibrasi tersebut, nilai r mendekati 1. Hal tersebut menunjukkan bahwa seluruh persamaan kurva kalibrasi telah memenuhi syarat uji linearitas dan terdapat hubungan yang baik antara konsentrasi yang diukur dengan serapan yang dihasilkan.

4.2.2 Uji Sensitivitas (Batas Deteksi dan Batas Kuantitas)

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) diperoleh dari perhitungan persamaan kurva kalibrasi secara statistik. Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pada kalsium, yaitu untuk batas deteksi diperoleh sebesar 1,4846 ppm, sedangkan untuk batas kuantitasi diperoleh sebesar 4,9486 ppm. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.4. Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pada kadmium,

yaitu untuk batas deteksi diperoleh sebesar 0,0021 ppm, sedangkan untuk batas kuantitasi diperoleh sebesar 0,0068 ppm. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.5. Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) pada timbal, yaitu untuk batas deteksi diperoleh sebesar 0,0062 ppm, sedangkan untuk batas kuantitasi diperoleh sebesar 0,0207 ppm. Data selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.6.

4.2.3 Presisi

Uji presisi dilakukan pada konsentrasi rendah, sedang dan tinggi. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi (KV) untuk kadar satu per sejuta (ppm) adalah 16% (Workman, 2006).

Koefisien variasi kalsium yang diperoleh dari susu "X" dari daerah Depok untuk konsentrasi 5 ppm; 30 ppm dan 50 ppm berturut-turut yaitu 0,78%; 0,53% dan 0,32%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.7. Koefisien variasi yang diperoleh dari susu "Y" dari swalayan yaitu 0,79%; 0,55% dan 0,30%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.8. Koefisien variasi yang diperoleh dari susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan yaitu 0,57%; 0,44% dan 0,29%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.9. Dari hasil koefisien variasi masing-masing sampel tersebut, uji presisi untuk kalsium telah memenuhi persyaratan.

Koefisien variasi kadmium yang diperoleh dari susu "X" dari daerah Depok untuk konsentrasi 0,02 ppm; 0,06 ppm dan 0,09 ppm berturut-turut yaitu 4,40%; 3,07% dan 2,33%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.10. Koefisien variasi yang diperoleh dari susu "Y" dari swalayan yaitu 4,49%; 2,53% dan 2,39%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.11. Koefisien variasi yang diperoleh dari susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan yaitu 3,69%; 3,27% dan 2,27%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.12. Dari hasil koefisien variasi masing-masing sampel tersebut memenuhi persyaratan.

Koefisien variasi timbal yang diperoleh dari susu "X" dari daerah Depok untuk konsentrasi 0,01 ppm; 0,06 ppm dan 0,2 ppm berturut-turut yaitu 4,01%; 1,15% dan 0,77%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.13. Koefisien variasi yang diperoleh dari susu "Y" dari swalayan yaitu 4,36%; 1,22% dan 0,64%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.14. Koefisien variasi yang diperoleh dari susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan yaitu 5,02%; 1,09% dan 0,62%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.15. Dari hasil koefisien variasi masing-masing sampel tersebut, uji presisi untuk semua konsentrasi memenuhi persyaratan koefisien variasi.

4.2.4 Akurasi

Kecermatan (akurasi) dinyatakan dengan uji perolehan kembali (UPK). Uji perolehan kembali dilakukan dengan menggunakan metode adisi karena tidak adanya blanko susu, yang dilakukan dengan cara mengukur serapan dari sampel yang ditambahkan dengan standar pada tiga konsentrasi, yaitu konsentrasi rendah, sedang, dan tinggi. Dilakukan pengulangan sebanyak enam kali.

Uji perolehan kembali untuk kalsium dengan penambahan konsentrasi 5 ppm; 30 ppm dan 50 ppm yaitu, memberikan hasil pada rentang 95,49% - 98,91%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.16; Tabel 4.17 dan Tabel 4.18. Uji perolehan kembali untuk kadmium dengan penambahan konsentrasi 0,02; 0,06 dan 0,09 ppm yaitu, memberikan hasil pada rentang 80,41%-98,44%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.19; Tabel 4.20 dan Tabel 4.21. Uji perolehan kembali untuk timbal dengan penambahan konsentrasi 0,01 ppm; 0,06 ppm dan 0,2 ppm yaitu, memberikan hasil pada rentang 80,73%-98,01%. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.22; Tabel 4.23 dan Tabel 4.24.

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

Uji perolehan kembali dapat dilakukan pada seluruh sampel karena seluruh sampel memberikan hasil positif terhadap kalsium, kadmium dan timbal.

Hasil UPK yang didapat pada seluruh sampel berada pada rentang antara 80%-120% dan hasil akurasi memenuhi kriteria yang dipersyaratkan. Hasil analisis pada penelitian ini mempunyai konsentrasi yang sangat kecil pada kadmium dan timbal.

4.3 Penyiapan Sampel dan Destruksi Sampel

Sampel yang digunakan adalah susu sapi, yang merupakan produk yang paling banyak dikonsumsi masyarakat. Sampel tersebut yaitu susu "X" yang diperoleh dari daerah Depok, susu "Y" yang diperoleh dari swalayan dan susu "Z" yang diperoleh dari daerah Jakarta Selatan. Jumlah seluruh susu sapi yang digunakan pada penelitian ini adalah 3 susu sapi. Gambar dapat dilihat pada Gambar 4.4.

"X" pada susu "X" yang diperoleh dari daerah Depok, menunjukkan sampel tersebut diproduksi oleh "X" yang dibeli di peternakan di daerah Depok. Sampel tersebut berisikan 200 ml. "Y" pada susu "Y" yang diperoleh dari swalayan, menunjukkan merek "Y" yang dibeli di swalayan. Sampel tersebut berisikan 820 ml. "Z" pada susu "Z" yang diperoleh dari daerah Jakarta Selatan, menunjukkan susu yang tidak berlabel yang dijual ke masyarakat, yang berasal dari daerah Jakarta Selatan. Sampel tersebut berisikan 500 ml.

Sebelum sampel dianalisa, sampel harus didestruksi terlebih dahulu, untuk menghancurkan senyawa organik dalam sampel sampai didapat sampel dengan larutan jernih untuk dianalisa. Destruksi sampel dilakukan dengan menimbang ± 10 gram susu, lalu menambahkan 10,0 ml asam nitrat pekat dan 4,0 ml hidrogen peroksida pekat, panaskan diatas lempeng pemanas dengan suhu 200°C sampai didapatkan larutan dalam keadaan jernih dan terlarut yang berwarna kuning, yang dapat dilihat pada Gambar 4.4 selama ± 1 jam. Diamkan hasil destruksi tersebut hingga dingin. Larutan hasil destruksi tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 10,0 ml. Labu ukur dicukupkan volumenya hingga garis batas dengan aquadest bebas mineral, kemudian dipindahkan ke dalam vial.

Teknik destruksi sampel yang digunakan adalah destruksi basah, karena kadmium dan timbal sangat mudah menguap dan analit hilang pada suhu 500°C .

Hidrogen peroksida digunakan dalam destruksi sampel untuk membantu mengoksidasi bahan organik.

4.4 Penentuan Kadar Kalsium, Kadmium dan Timbal dalam Sampel

Penentuan kadar kalsium, kadmium dan timbal pada masing-masing sampel dilakukan triplo. Kadar yang terukur dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA), yang memiliki spesifikasi masing-masing.

4.4.1 Kalsium

Rata-rata kadar kalsium yang terkandung di dalam susu "X" dari daerah Depok, susu "Y" dari swalayan dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan berturut-turut adalah 38,45 ppm; 29,00 ppm dan 30,72 ppm. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.25. Dari hasil penelitian yang diperoleh, kadar kalsium pada susu "X" dari daerah Depok lebih tinggi dibandingkan dengan kadar kalsium pada susu lainnya. Hal tersebut menunjukkan bahwa terdapat perbedaan kadar kalsium pada susu "X" dari daerah Depok, susu "Y" dari swalayan dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan.

4.4.2 Kadmium

Rata-rata kadar kadmium yang terkandung di dalam susu "X" dari daerah Depok, susu "Y" dari swalayan dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan berturut-turut adalah 0,02 ppm; 0,02 ppm dan 0,02 ppm. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.26. Kadar kadmium dalam seluruh sampel masih dalam batas aman untuk dikonsumsi berdasarkan batasan yang telah ditetapkan oleh Badan Standardisasi Nasional tahun 2009, yang memiliki batasan sebesar 0,05 mg/kg.

4.4.3 Timbal

Rata-rata kadar timbal yang terkandung di dalam susu "X" dari daerah Depok, susu "Y" dari swalayan dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan berturut-turut adalah 0,15 ppm; 0,07 ppm dan 0,07 ppm. Hasil selengkapnya dapat dilihat pada Tabel 4.27. Kadar timbal dalam seluruh sampel melewati batas aman untuk dikonsumsi berdasarkan batasan yang telah ditetapkan oleh Badan Standardisasi Nasional tahun 2009, yang memiliki batasan sebesar 0,02 mg/kg.

Pencemaran timbal pada susu yang dianalisa tersebut disebabkan karena bertambah banyaknya kendaraan bermotor, yang dihasilkan dari pembakaran pada mesin kendaraan bermotor yang mengandung timbal, yang menyebabkan pencemaran udara. Pencemaran tersebut juga bisa berasal dari pemberian pestisida yang mengandung timbal, sehingga menimbulkan pencemaran pada tanaman, yang kemudian menjadi pakan ternak sapi. Selain itu pencemaran timbal bisa berasal dari air yang tercemar timbal, yang akan mencemari tanah. Selanjutnya semua tanaman yang tumbuh di atas tanah yang telah tercemar akan mengakumulasikan logam berat tersebut pada semua bagian tanaman dan akan diserap oleh air tanah. Hal tersebut dapat menimbulkan pencemaran pada pakan ternak sapi, yang selanjutnya termakan oleh sapi, sehingga berdampak pada susu yang dihasilkan, sehingga bisa menimbulkan gangguan pada kesehatan.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kadar kalsium dalam susu "X" dari daerah Depok sebesar 38,45 ppm; susu "Y" dari swalayan sebesar 29,00 ppm dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan sebesar 30,72 ppm. Kadar kadmium dalam susu "X" dari daerah Depok sebesar 0,02 ppm; susu "Y" dari swalayan sebesar 0,02 ppm dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan sebesar 0,02 ppm. Kadar timbal dalam susu "X" dari daerah Depok sebesar 0,15 ppm; susu "Y" dari swalayan sebesar 0,07 ppm dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan sebesar 0,07 ppm.

5.2 Saran

- a. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai cemaran logam pada hasil olahan susu sapi.
- b. Perlu dihindari faktor-faktor yang dapat menimbulkan pencemaran pada susu sapi dari mulai susu tersebut belum diperah sampai sudah diperah.

DAFTAR ACUAN

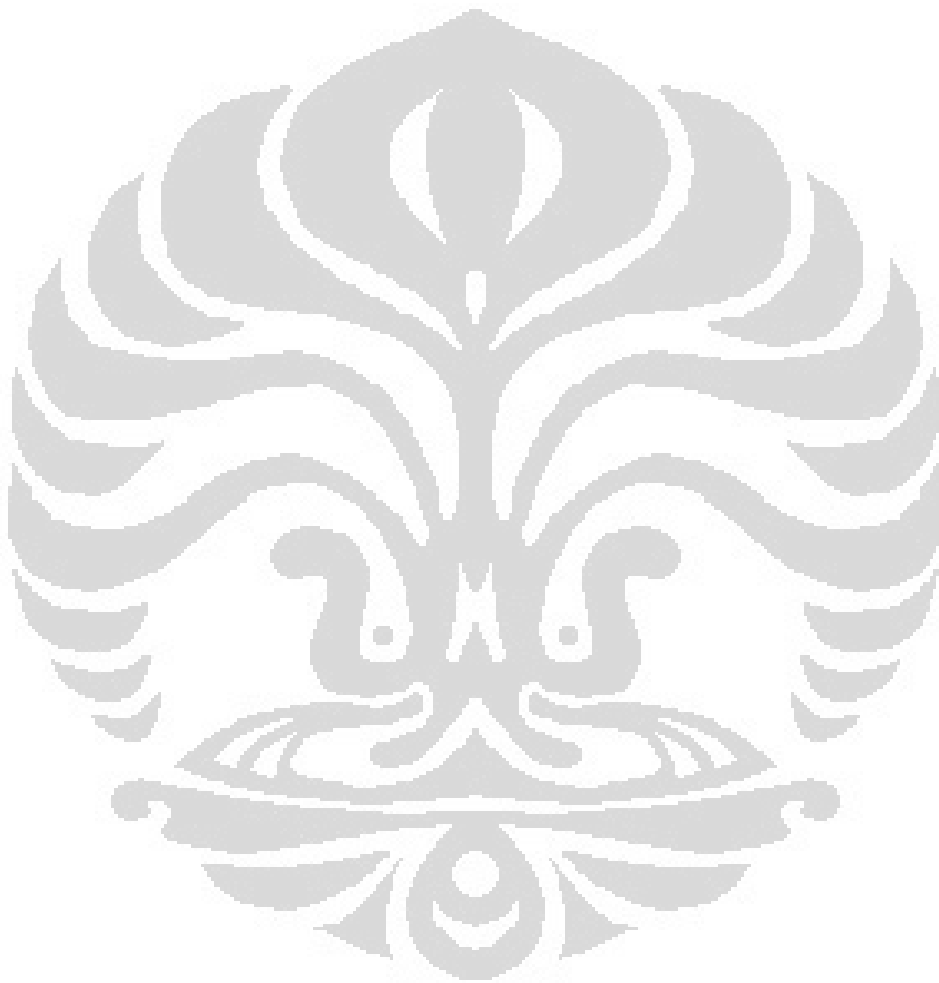
- AOAC. 2006. *Lead, Cadmium, Copper, Iron, and Zink in Food by Atomic Absorption Spectrophotometry after Dry Ashing*. *J. AOAC Int.* 9.1.09.
- Alfian, Z. (2004). Penentuan Kadar Unsur Kalsium pada Susu Sapi Murni dan Susu Sapi di Pasaran dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Sains Kimia*. Vol. 8, No. 1: 26-28.
- Alloway, B. J. 1995. *Heavy Metals in Soils, ed. 2*. London: Blackie academic and professional-chapman and hall. 368.
- Aras, Namik K. and O. Yavuz Ataman. 2006. *Trace Element Analysis of Food and Diet*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry. 43, 66, 107-108.
- Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian. 1997. *Pasca Panen Susu*. Jakarta: Instalasi Penelitian dan Pengkajian Teknologi Pertanian. 5.
- Badan Standardisasi Nasional. 1992. SNI 01-2782-1998/Rev. 1992. *Metode Pengujian Susu Segar*. Jakarta: BSN. 73-76.
- Badan Standardisasi Nasional. 1995. SNI 01-3951-1995. *Susu Pasteurisasi*. Jakarta: BSN. 1.
- Badan Standardisasi Nasional. 1998. SNI 01-3141-1998. *Susu Segar*. Jakarta: BSN. 1.
- Badan Standardisasi Nasional. 1998. SNI 01-3950-1998. *Susu UHT (ultra high temperature)*. Jakarta: BSN. 1.
- Badan Standardisasi Nasional. 2009. SNI 7387:2009. *Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan*. Jakarta: BSN. 4, 6.
- Boltea, Florin, Otto Ketney and Laura Bretan. (2010). Assessment of Heavy Metal Contamination in Milk Coming from Baia Mare Area. *Carpathian Journal of Food Science and Technology*. Vol. 2, No. 1: 57-62.
- Burgess, Christopher. 2000. *Valid Analytical Methods and Procedures*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry. 13.
- Cantle, J. 1982. *Atomic Absorption Spectrometry, vol. 5*. Netherland: Elsevier Scientific Publishing Company. 26.

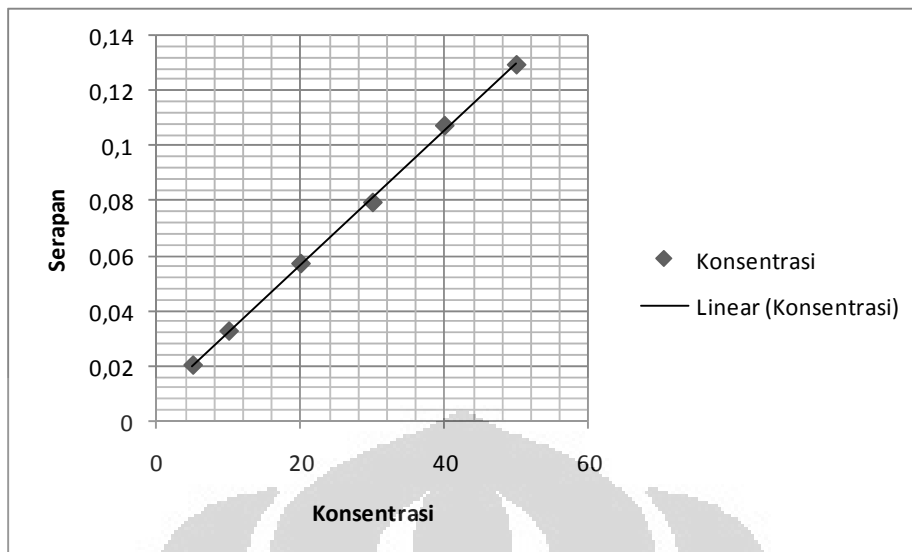
- Castro, C. S. P. D. (2010). Toxic Metals (Pb and Cd) and Their Respective Antagonists (Ca and Zn) in Infant Formulas and Milk Marketed in Brasilia, Brazil. *Int. J. Environ. Res. Public Health*. No. 7: 4062-4077.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-Press. 5-7.
- Direktorat Bina Usaha Petani Ternak dan Pengolahan Hasil Peternakan Ditjen Peternakan. 1983. *Pedoman Pengolahan Susu Sederhana*. Jakarta: Direktorat Bina Usaha Petani Ternak dan Pengolahan Hasil Peternakan Ditjen Peternakan. 12-13.
- Eckles, C. H., Willes, B. C. and Harold, M. 1980. *Milk and Milk Products*. New Delhi: Tata Mcgraw-Hill. 21, 37.
- Frank, C. Lu. 1995. *Toksikologi Dasar:Asas, Organ Sasaran, dan Penilaian Risiko*, ed. 2, penerjemah Edi Nugroho, et al. Jakarta: UI-Press. 360-361.
- Gandjar, Ibnu Gholib dan Abdul Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*, cetakan II. Yogyakarta: Pustaka Pelajar. 298, 311-312.
- Godt, Johannes, Franziska Scheidig, Christian, G. S., Vera E., Paul B., Andrea R. And David A. G. (2006). The Toxicity of Cadmium and Resulting Hazards for Human Health. *Journal of Occupational Medicine and Toxicology*. Vol. 1. No. 22: 1-6.
- Greenberg, Arnold E., Lenore S. Clescerl and Andrew D. Eaton. 1992. *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*. Washington: American Public Health Association. 3-11.
- Harmita. 2006. *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Depok: Departemen Farmasi FMIPA UI. 91-92, 94-95.
- Jensen, Robert G. 1995. *Handbook of Milk Composition*. United States of America: Academic Press. 2.
- Khopkar, S.M. 2007. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Diterjemahkan oleh A. Saptorahardjo. Jakarta: UI-Press. 274-283.

- Mitra, Somenath. 2003. *Sample Preparation Techniques in Analytical Chemistry*, vol. 162. New Jersey: John Wiley and Sons, Inc. 6, 13-16, 230-233.
- Nielsen, S. Suzanne. 2010. *Food Analysis*, ed. 4. New York: Springer. 107.
- Pavlovic, I., M. Sikiric, J. L. Havranek, N. Plavljanic and N. Brajenovic. (2004). Lead and Cadmium Levels in Raw Cow's Milk from an Industrialised Croatia Region Determined by Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry. *Czech J. Anim. Sci.* Vol. 49, No. 4: 164-168.
- Qin, Li-Qiang, Xiao P. W., Wei L., Xing T. and Wei J. T. (2009). The Minerals and Heavy Metals in Cow's Milk from China and Japan. *Journal of Health Science*. Vol. 55. No. 2: 300-305.
- Raimon. (1993). *Perbandingan Metoda Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Seminar Lokakarya Nasional AAS:Kemajuan Mutakhir dalam Instrumentasi dan Aplikasi Prosiding. Yogyakarta, 3-4 Mei 1993. 79-82.
- Shimadzu. 2007. *Instruction Manual: Shimadzu Atomic Absorption Spectrophotometer AA-6300*. Kyoto: Shimadzu. 9-2, 9-3.
- Tong, S., Yasmin E. von S. and Tippawan P. (2000). Environmental lead exposure: a public health problem of global dimensions. *World Health Organization*. Vol. 78, No. 9: 1068-1077.
- Vaclavic, Vickie A. dan Elizabeth W. Christian. 2008. *Essential of Food Science*. Third Edition. New York: Springer. 237.
- Vandecasteele C. and C. B. Block. 1993. *Modern Methods for Trace Element Determination*. Inggris: John Wiley and Sons Ltd. 94, 117.
- Welz, B. and Michael S. 2005. *Atomic Absorption Spectrometry*. Third Completely Revised Edition. New York: WILEY-VCH. 148.
- Windholz, Martha, Susan B., Lorraine, Y. S. and Margaret N. F. 1976. *The Merck Index: An Encyclopedia of Chemicals and Drugs*, ed. 9. Rahway: Merck. 8917.
- Workman, Jerome and Howard Mark. (2006). Limitations in Analytical Accuracy, Part I: Horwitz's Trumpet. *Spectroscopy*, Vol. 21. No. 9: 18-24.

World Health Organization (WHO Technical Report Series, No. 823). 1992.

Validation of analytical procedures used in the examination of pharmaceutical materials. 119.

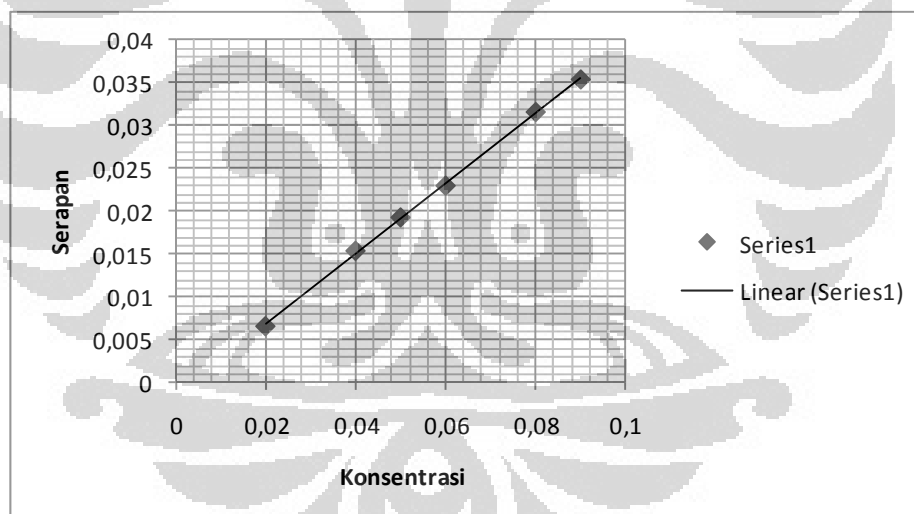




Keterangan : $y = 0,002446 x + 0,007738$

$r = 0,9997$

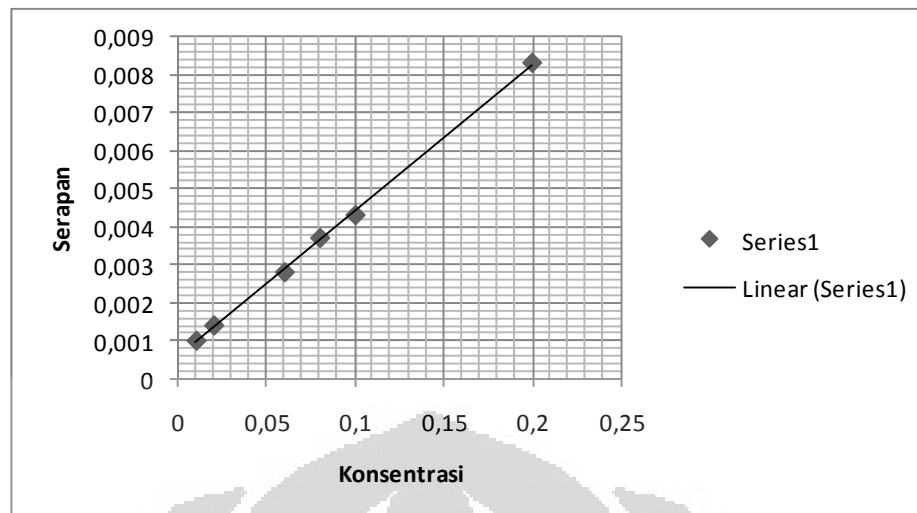
Gambar 4.1 Kurva kalibrasi kalsium



Keterangan : $y = 0,41 x - 0,001350$

$r = 0,9997$

Gambar 4.2 Kurva kalibrasi kadmium



Keterangan : $y = 0,038578 x + 0,0005447$

$r = 0,9996$

Gambar 4.3 Kurva kalibrasi timbal



Gambar 4.4 Larutan sampel hasil destruksi



Gambar 4.5 Spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA 6300)

Tabel 4.1 Data serapan kalsium

Konsentrasi kalsium (ppm)	Serapan kalsium
5	0,0201
10	0,0323
20	0,0569
30	0,0794
40	0,1072
50	0,1296

$$r = 0,9997$$

$$y = 0,002446 x + 0,007738$$

Tabel 4.2 Data serapan kadmium

Konsentrasi kadmium (ppm)	Serapan kadmium
0,02	0,0066
0,04	0,0154
0,05	0,0193
0,06	0,0230
0,08	0,0316
0,09	0,0354

$$r = 0,9997$$

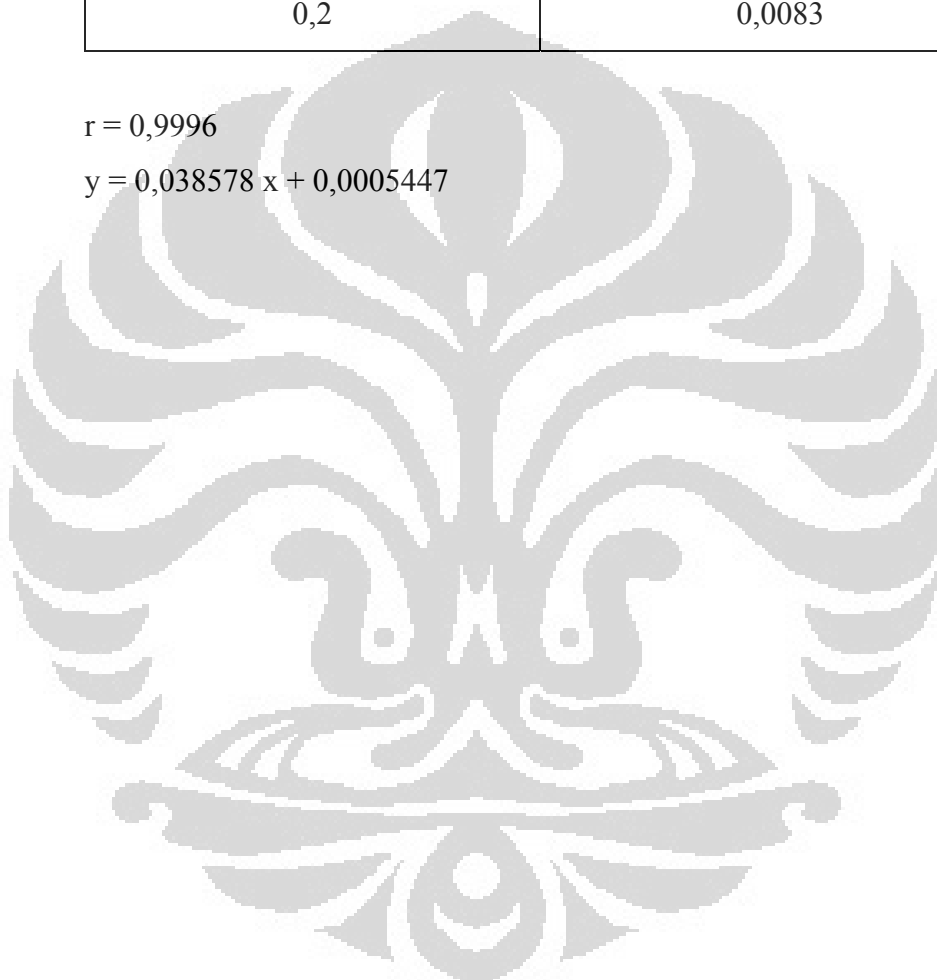
$$y = 0,41 x - 0,001350$$

Tabel 4.3 Data serapan timbal

Konsentrasi timbal (ppm)	Serapan timbal
0,01	0,0010
0,02	0,0013
0,06	0,0028
0,08	0,0037
0,1	0,0043
0,2	0,0083

$$r = 0,9996$$

$$y = 0,038578 x + 0,0005447$$



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

kalsium

Konsentrasi kalsium (ppm)	Serapan kalsium	y_i	$(y-y_i)^2$
5	0,0201	0,0199	$1,7424 \times 10^{-8}$
10	0,0323	0,0322	$1,0404 \times 10^{-8}$
20	0,0569	0,0567	$5,8564 \times 10^{-8}$
30	0,0794	0,0811	$2,9515 \times 10^{-6}$
40	0,1072	0,1056	$2,6309 \times 10^{-6}$
50	0,1296	0,1300	$1,9184 \times 10^{-7}$
		Jumlah	$5,8606 \times 10^{-6}$

Keterangan :

$$S_{(y/x)} = 1,2104 \times 10^{-3}$$

$$V_{x0} = 1,92\%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 1,4846 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 4,9486 \text{ ppm}$$

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

Konsentrasi kadmium (ppm)	Serapan kadmium	y_i	$(y-y_i)^2$
0,02	0,0066	0,0069	$6,2500 \times 10^{-8}$
0,04	0,0154	0,0151	$1,2250 \times 10^{-7}$
0,05	0,0193	0,0192	2.2500×10^{-8}
0,06	0,0230	0,0233	$6,2500 \times 10^{-8}$
0,08	0,0316	0,0315	2.2500×10^{-8}
0,09	0,0354	0,0356	2.2500×10^{-8}
		Jumlah	$3,1500 \times 10^{-7}$

Keterangan :

$$S_{(y/x)} = 2,8062 \times 10^{-4}$$

$$V_{x0} = 1,21\%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,0021 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 0,0068 \text{ ppm}$$

Tabel 4.6 Hasil penentuan batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

timbangan

Konsentrasi timbal (ppm)	Serapan timbal	y_i	$(y-y_i)^2$
0,01	0,0010	$9,3048 \times 10^{-4}$	$4,8330 \times 10^{-9}$
0,02	0,0013	$1,3163 \times 10^{-3}$	$2,6439 \times 10^{-10}$
0,06	0,0028	$2,8594 \times 10^{-3}$	$3,5260 \times 10^{-9}$
0,08	0,0037	$3,6309 \times 10^{-3}$	$4,7693 \times 10^{-9}$
0,1	0,0043	$4,4025 \times 10^{-3}$	$1,0506 \times 10^{-8}$
0,2	0,0083	$8,2603 \times 10^{-3}$	$1,5761 \times 10^{-9}$
		Jumlah	$2,5475 \times 10^{-8}$

Keterangan :

$$S_{(y/x)} = 7,9805 \times 10^{-5}$$

$$V_{x0} = 2,64\%$$

$$\text{Batas deteksi (LOD)} = 0,0062 \text{ ppm}$$

$$\text{Batas kuantitasi (LOQ)} = 0,0207 \text{ ppm}$$

Tabel 4.7 Hasil uji presisi kalsium pada susu "X" dari daerah Depok

Konsentrasi kalsium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
5	38,8296	0,1147 0,1146 0,1145 0,1147 0,1147 0,1148	43,6851 43,6506 43,6331 43,6826 43,6981 43,7406	4,8555 4,8210 4,8035 4,8530 4,8685 4,9110	4,8521 \pm 0,0376	0,78
30	38,8296	0,1732 0,1725 0,1733 0,1733 0,1732 0,1725	67,6476 67,3656 67,6566 67,6596 67,6416 67,3476	28,8180 28,5360 28,8270 28,8300 28,8120 28,5180	28,7235 \pm 0,1524	0,53
50	38,8296	0,2236 0,2226 0,2236 0,2236 0,2236 0,2236	88,2346 87,8546 88,2496 88,2396 88,2296 88,2546	49,4050 49,0250 49,4200 49,4100 49,4000 49,4250	49,3475 \pm 0,1583	0,32

Tabel 4.8 Hasil uji presisi kalsium pada susu "Y" dari swalayan

Konsentrasi kalsium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
5	29,1851	0,0911 0,0909 0,0911 0,0911 0,0911 0,0910	34,0626 33,9856 34,0656 34,0361 34,0676 33,9881	4,8775 4,8005 4,8805 4,8510 4,8825 4,8030	4,8492 \pm 0,0385	0,79

(lanjutan)

Tabel 4.8 Hasil uji presisi kalsium pada susu "Y" dari swalayan

Konsentrasi kalsium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm) ± SD	KV (%)
30	29,1851	0,1497	58,0121	28,8270	28,8375 ± 0,1586	0,55
		0,1499	58,1141	28,9290		
		0,1490	57,7301	28,5450		
		0,1500	58,1351	28,9500		
		0,1496	57,9881	28,8030		
		0,1500	58,1561	28,9710		
50	29,1851	0,1996	78,4501	49,2650	49,2033 ± 0,1462	0,30
		0,1996	78,4401	49,2550		
		0,1996	78,4501	49,2650		
		0,1988	78,0901	48,9050		
		0,1996	78,4451	49,2600		
		0,1997	78,4551	49,2700		

Tabel 4.9 Hasil uji presisi kalsium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Konsentrasi kalsium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm) ± SD	KV (%)
5	31,8210	0,0977	36,7320	4,9110	4,8800 ± 0,0277	0,57
		0,0975	36,6825	4,8615		
		0,0976	36,7265	4,9055		
		0,0975	36,6735	4,8525		
		0,0976	36,7190	4,8980		
		0,0975	36,6725	4,8515		
30	31,8210	0,1554	60,3600	28,5390	28,7950 ± 0,1255	0,44
		0,1562	60,6660	28,8450		
		0,1562	60,6720	28,8510		
		0,1562	60,6600	28,8390		
		0,1562	60,6630	28,8420		
		0,1562	60,6750	28,8540		

(lanjutan)

Tabel 4.9 Hasil uji presisi kalsium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Konsentrasi kalsium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kalsium) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
50	31,8210	0,2050 0,2058 0,2058 0,2058 0,2058 0,2058	80,6210 80,9560 80,9860 80,9710 80,9660 80,9610	48,8000 49,1350 49,1650 49,1500 49,1450 49,1400	49,0892 \pm 0,1420	0,29

Tabel 4.10 Hasil uji presisi kadmium pada susu "X" dari daerah Depok

Konsentrasi kadmium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
0,02	0,0223	0,0146 0,0142 0,0145 0,0143 0,0149 0,0142	0,0389 0,0380 0,0388 0,0381 0,0397 0,0379	0,0166 0,0157 0,0165 0,0158 0,0174 0,0156	0,0163 \pm 0,0007	4,40
0,06	0,0223	0,0309 0,0295 0,0298 0,0308 0,0307 0,0294	0,0787 0,0752 0,0760 0,0783 0,0782 0,0750	0,0564 0,0529 0,0537 0,0560 0,0559 0,0527	0,0546 \pm 0,0017	3,07
0,09	0,0223	0,0429 0,0429 0,0429 0,0429 0,0418 0,0410	0,1079 0,1080 0,1078 0,1079 0,1051 0,1034	0,0856 0,0857 0,0855 0,0856 0,0828 0,0811	0,0844 \pm 0,0020	2,33

Tabel 4.11 Hasil uji presisi kadmium pada susu “Y” dari swalayan

Konsentrasi kadmium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium) - Konsentrasi sampel (ppm) ± SD	KV (%)
0,02	0,0213	0,0138	0,0369	0,0156	0,0162 ± 0,0007	4,49
		0,0138	0,0369	0,0156		
		0,0138	0,0370	0,0157		
		0,0142	0,0380	0,0167		
		0,0139	0,0372	0,0159		
		0,0145	0,0387	0,0174		
0,06	0,0213	0,0306	0,0780	0,0567	0,0554 ± 0,0014	2,53
		0,0299	0,0762	0,0549		
		0,0303	0,0771	0,0558		
		0,0308	0,0785	0,0572		
		0,0295	0,0751	0,0538		
		0,0295	0,0752	0,0539		
0,09	0,0213	0,0412	0,1039	0,0826	0,0843 ± 0,0020	2,39
		0,0429	0,1078	0,0865		
		0,0424	0,1068	0,0855		
		0,0407	0,1025	0,0812		
		0,0420	0,1056	0,0843		
		0,0425	0,1069	0,0856		

Tabel 4.12 Hasil uji presisi kadmium pada susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan

Konsentrasi kadmium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium) - Konsentrasi sampel (ppm) ± SD	KV (%)
0,02	0,0135	0,0108	0,0296	0,0161	0,0161 ± 0,0006	3,69
		0,0106	0,0291	0,0156		
		0,0106	0,0291	0,0156		
		0,0111	0,0303	0,0168		
		0,0111	0,0304	0,0169		
		0,0106	0,0292	0,0157		

(lanjutan)

Tabel 4.12 Hasil uji presisi kadmium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Konsentrasi kadmium (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi kadmium) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
0,06	0,0135	0,0253	0,0650	0,0515	0,0541 \pm 0,0018	3,27
		0,0269	0,0690	0,0555		
		0,0270	0,0691	0,0556		
		0,0261	0,0669	0,0534		
		0,0271	0,0693	0,0558		
		0,0259	0,0665	0,0530		
0,09	0,0135	0,0400	0,1009	0,0874	0,0855 \pm 0,0019	2,27
		0,0388	0,0980	0,0845		
		0,0404	0,1017	0,0882		
		0,0386	0,0974	0,0839		
		0,0384	0,0970	0,0835		
		0,0393	0,0990	0,0855		

Tabel 4.13 Hasil uji presisi timbal pada susu "X" dari daerah Depok

Konsentrasi timbal (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
0,01	0,1166	0,0054	0,1254	0,0088	0,0091 \pm 0,0004	4,01
		0,0054	0,1254	0,0088		
		0,0054	0,1261	0,0095		
		0,0054	0,1262	0,0096		
		0,0054	0,1257	0,0091		
		0,0054	0,1254	0,0088		
0,06	0,1166	0,0071	0,1707	0,0541	0,0550 \pm 0,0006	1,15
		0,0072	0,1723	0,0557		
		0,0072	0,1718	0,0552		
		0,0072	0,1719	0,0553		
		0,0071	0,1709	0,0543		
		0,0072	0,1718	0,0552		

(lanjutan)

Tabel 4.13 Hasil uji presisi timbal pada susu "X" dari daerah Depok

Konsentrasi timbal (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
0,2	0,1166	0,0126	0,3136	0,1970	0,1962 \pm 0,0015	0,77
		0,0126	0,3128	0,1962		
		0,0125	0,3111	0,1945		
		0,0126	0,3142	0,1976		
		0,0126	0,3141	0,1975		
		0,0125	0,3108	0,1942		

Tabel 4.14 Hasil uji presisi timbal pada susu "Y" dari swalayan

Konsentrasi timbal (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
0,01	0,0680	0,0035	0,0768	0,0088	0,0090 \pm 0,0004	4,36
		0,0036	0,0775	0,0095		
		0,0035	0,0768	0,0088		
		0,0035	0,0768	0,0088		
		0,0036	0,0776	0,0096		
		0,0035	0,0768	0,0088		
0,06	0,0680	0,0053	0,1237	0,0557	0,0553 \pm 0,0007	1,22
		0,0053	0,1238	0,0558		
		0,0053	0,1235	0,0555		
		0,0053	0,1228	0,0548		
		0,0053	0,1221	0,0541		
		0,0053	0,1237	0,0557		
0,2	0,0680	0,0108	0,2656	0,1976	0,1963 \pm 0,0013	0,64
		0,0106	0,2624	0,1944		
		0,0107	0,2636	0,1956		
		0,0107	0,2643	0,1963		
		0,0107	0,2642	0,1962		
		0,0108	0,2659	0,1979		

Tabel 4.15 Hasil uji presisi timbal pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Konsentrasi timbal (ppm)	Konsentrasi sampel (ppm)	Serapan sampel (ppm)	Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal (ppm)	(Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal) - Konsentrasi sampel (ppm)	Rata-rata (Konsentrasi sampel + konsentrasi timbal) - Konsentrasi sampel (ppm) \pm SD	KV (%)
0,01	0,0626	0,0033 0,0033 0,0034 0,0033 0,0033 0,0034	0,0714 0,0715 0,0724 0,0722 0,0715 0,0723	0,0088 0,0089 0,0098 0,0096 0,0089 0,0097	0,0093 \pm 0,0005	5,02
0,06	0,0626	0,0051 0,0051 0,0051 0,0051 0,0051 0,0051	0,1183 0,1185 0,1170 0,1175 0,1184 0,1184	0,0557 0,0559 0,0544 0,0549 0,0558 0,0558	0,0554 \pm 0,0006	1,09
0,2	0,0626	0,0106 0,0105 0,0105 0,0105 0,0105 0,0104	0,2601 0,2594 0,2597 0,2600 0,2587 0,2569	0,1975 0,1968 0,1971 0,1974 0,1961 0,1943	0,1965 \pm 0,0012	0,62

Tabel 4.16 Hasil uji perolehan kembali kalsium pada susu "X" dari daerah Depok

Kadar sampel yang tidak ditambah kadar kalsium (C1)		Kadar sampel yang ditambah kadar kalsium (C2)		Kadar kalsium yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
38,8296	2,9477	43,6851	0,1147	5,0046	0,0201	97,02
38,8296	2,9477	43,6506	0,1146	5,0046	0,0201	96,33
38,8296	2,9477	43,6331	0,1145	5,0046	0,0201	95,98
38,8296	2,9477	43,6826	0,1147	5,0046	0,0201	96,97
38,8296	2,9477	43,6981	0,1147	5,0046	0,0201	97,28
38,8296	2,9477	43,7406	0,1148	5,0046	0,0201	98,13
38,8296	2,9477	67,6476	0,1732	29,2707	0,0794	98,45
38,8296	2,9477	67,3656	0,1725	29,2707	0,0794	97,49
38,8296	2,9477	67,6566	0,1733	29,2707	0,0794	98,48
38,8296	2,9477	67,6596	0,1733	29,2707	0,0794	98,49
38,8296	2,9477	67,6416	0,1732	29,2707	0,0794	98,43
38,8296	2,9477	67,3476	0,1725	29,2707	0,0794	97,43
38,8296	2,9477	88,2346	0,2236	49,8131	0,1296	99,18
38,8296	2,9477	87,8546	0,2226	49,8131	0,1296	98,42
38,8296	2,9477	88,2496	0,2236	49,8131	0,1296	99,21
38,8296	2,9477	88,2396	0,2236	49,8131	0,1296	99,19
38,8296	2,9477	88,2296	0,2236	49,8131	0,1296	99,17
38,8296	2,9477	87,2546	0,2236	49,8131	0,1296	97,21

Tabel 4.17 Hasil uji perolehan kembali kalsium pada susu “Y” dari swalayan

Sampel yang tidak ditambah kadar kalsium (C1)		Sampel yang ditambah kadar kalsium (C2)		Kadar kalsium yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
29,1851	2,2130	34,0626	0,0911	5,0046	0,0201	97,46
29,1851	2,2130	33,9856	0,0909	5,0046	0,0201	95,92
29,1851	2,2130	34,0656	0,0911	5,0046	0,0201	97,52
29,1851	2,2130	34,0361	0,0911	5,0046	0,0201	96,93
29,1851	2,2130	34,0676	0,0911	5,0046	0,0201	97,56
29,1851	2,2130	33,9881	0,0910	5,0046	0,0201	95,97
29,1851	2,2130	58,0121	0,1497	29,2707	0,0794	98,48
29,1851	2,2130	58,1141	0,1499	29,2707	0,0794	98,83
29,1851	2,2130	57,7301	0,1490	29,2707	0,0794	97,52
29,1851	2,2130	57,1351	0,1500	29,2707	0,0794	95,49
29,1851	2,2130	57,9881	0,1496	29,2707	0,0794	98,40
29,1851	2,2130	58,1561	0,1500	29,2707	0,0794	98,98
29,1851	2,2130	78,4501	0,1996	49,8131	0,1296	98,90
29,1851	2,2130	78,4401	0,1996	49,8131	0,1296	98,88
29,1851	2,2130	78,4501	0,1996	49,8131	0,1296	98,90
29,1851	2,2130	77,9901	0,1985	49,8131	0,1296	97,98
29,1851	2,2130	78,4451	0,1996	49,8131	0,1296	98,89
29,1851	2,2130	78,4551	0,1997	49,8131	0,1296	98,91

Tabel 4.18 Hasil uji perolehan kembali kalsium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Sampel yang tidak ditambah kadar kalsium (C1)		Sampel yang ditambah kadar kalsium (C2)		Kadar kalsium yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
31,8210	2,4138	36,7320	0,0977	5,0046	0,0201	98,13
31,8210	2,4138	36,6825	0,0975	5,0046	0,0201	97,14
31,8210	2,4138	36,7265	0,0976	5,0046	0,0201	98,02
31,8210	2,4138	36,6735	0,0975	5,0046	0,0201	96,96
31,8210	2,4138	36,7190	0,0976	5,0046	0,0201	97,87
31,8210	2,4138	36,6725	0,0975	5,0046	0,0201	96,94
31,8210	2,4138	60,3600	0,1554	29,2707	0,0794	97,50
31,8210	2,4138	60,6660	0,1562	29,2707	0,0794	98,55
31,8210	2,4138	60,6720	0,1562	29,2707	0,0794	98,57
31,8210	2,4138	60,6600	0,1562	29,2707	0,0794	98,53
31,8210	2,4138	60,6630	0,1562	29,2707	0,0794	98,54
31,8210	2,4138	60,6750	0,1562	29,2707	0,0794	98,58
31,8210	2,4138	80,6210	0,2050	49,8131	0,1296	97,97
31,8210	2,4138	80,9560	0,2058	49,8131	0,1296	98,64
31,8210	2,4138	80,9860	0,2058	49,8131	0,1296	98,70
31,8210	2,4138	80,9710	0,2058	49,8131	0,1296	98,67
31,8210	2,4138	80,9660	0,2058	49,8131	0,1296	98,66
31,8210	2,4138	80,9610	0,2058	49,8131	0,1296	98,65

Tabel 4.19 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada susu "X" dari daerah Depok

Sampel yang tidak ditambah kadar kadmium (C1)		Sampel yang ditambah kadar kadmium (C2)		Kadar kadmium yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
0,0223	0,0078	0,0389	0,0146	0,0194	0,0066	85,57
0,0223	0,0078	0,0380	0,0142	0,0194	0,0066	80,93
0,0223	0,0078	0,0388	0,0145	0,0194	0,0066	85,05
0,0223	0,0078	0,0381	0,0143	0,0194	0,0066	81,44
0,0223	0,0078	0,0397	0,0149	0,0194	0,0066	89,69
0,0223	0,0078	0,0379	0,0142	0,0194	0,0066	80,41
0,0223	0,0078	0,0787	0,0309	0,0594	0,0230	94,95
0,0223	0,0078	0,0752	0,0295	0,0594	0,0230	89,06
0,0223	0,0078	0,0760	0,0298	0,0594	0,0230	90,40
0,0223	0,0078	0,0783	0,0308	0,0594	0,0230	94,28
0,0223	0,0078	0,0782	0,0307	0,0594	0,0230	94,11
0,0223	0,0078	0,0750	0,0294	0,0594	0,0230	88,72
0,0223	0,0078	0,1079	0,0429	0,0896	0,0354	95,54
0,0223	0,0078	0,1080	0,0430	0,0896	0,0354	95,65
0,0223	0,0078	0,1078	0,0429	0,0896	0,0354	95,42
0,0223	0,0078	0,1079	0,0429	0,0896	0,0354	95,54
0,0223	0,0078	0,1051	0,0418	0,0896	0,0354	92,41
0,0223	0,0078	0,1034	0,0410	0,0896	0,0354	90,51

Tabel 4.20 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada susu "Y" dari swalayan

Sampel yang tidak ditambah kadar kadmium (C1)		Sampel yang ditambah kadar kadmium (C2)		Kadar kadmium yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
0,0213	0,0074	0,0369	0,0138	0,0194	0,0066	80,41
0,0213	0,0074	0,0369	0,0138	0,0194	0,0066	80,41
0,0213	0,0074	0,0370	0,0138	0,0194	0,0066	80,93
0,0213	0,0074	0,0380	0,0142	0,0194	0,0066	86,08
0,0213	0,0074	0,0372	0,0139	0,0194	0,0066	81,96
0,0213	0,0074	0,0387	0,0145	0,0194	0,0066	89,69
0,0213	0,0074	0,0780	0,0306	0,0594	0,0230	95,45
0,0213	0,0074	0,0762	0,0299	0,0594	0,0230	92,42
0,0213	0,0074	0,0771	0,0303	0,0594	0,0230	93,94
0,0213	0,0074	0,0785	0,0308	0,0594	0,0230	96,30
0,0213	0,0074	0,0751	0,0295	0,0594	0,0230	90,57
0,0213	0,0074	0,0752	0,0295	0,0594	0,0230	90,74
0,0213	0,0074	0,1039	0,0412	0,0896	0,0354	92,19
0,0213	0,0074	0,1078	0,0429	0,0896	0,0354	96,54
0,0213	0,0074	0,1068	0,0424	0,0896	0,0354	95,42
0,0213	0,0074	0,1025	0,0407	0,0896	0,0354	90,63
0,0213	0,0074	0,1056	0,0420	0,0896	0,0354	94,08
0,0213	0,0074	0,1069	0,0425	0,0896	0,0354	95,54

Tabel 4.21 Hasil uji perolehan kembali kadmium pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Sampel yang tidak ditambah kadar kadmium (C1)		Sampel yang ditambah kadar kadmium (C2)		Kadar kadmium yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
0,0135	0,0042	0,0296	0,0108	0,0194	0,0066	82,99
0,0135	0,0042	0,0291	0,0106	0,0194	0,0066	80,41
0,0135	0,0042	0,0291	0,0106	0,0194	0,0066	80,41
0,0135	0,0042	0,0303	0,0111	0,0194	0,0066	86,60
0,0135	0,0042	0,0304	0,0111	0,0194	0,0066	87,11
0,0135	0,0042	0,0292	0,0106	0,0194	0,0066	80,93
0,0135	0,0042	0,0650	0,0253	0,0594	0,0230	86,70
0,0135	0,0042	0,0690	0,0269	0,0594	0,0230	93,43
0,0135	0,0042	0,0691	0,0270	0,0594	0,0230	93,60
0,0135	0,0042	0,0669	0,0261	0,0594	0,0230	89,90
0,0135	0,0042	0,0693	0,0271	0,0594	0,0230	93,94
0,0135	0,0042	0,0665	0,0259	0,0594	0,0230	89,23
0,0135	0,0042	0,1009	0,0400	0,0896	0,0354	97,54
0,0135	0,0042	0,0980	0,0388	0,0896	0,0354	94,31
0,0135	0,0042	0,1017	0,0404	0,0896	0,0354	98,44
0,0135	0,0042	0,0974	0,0386	0,0896	0,0354	93,64
0,0135	0,0042	0,0970	0,0384	0,0896	0,0354	93,19
0,0135	0,0042	0,0990	0,0393	0,0896	0,0354	95,42

Tabel 4.22 Hasil uji perolehan kembali timbal pada susu "X" dari daerah Depok

Sampel yang tidak ditambah kadar timbal (C1)		Sampel yang ditambah kadar timbal (C2)		Kadar timbal yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
0,1166	0,0033	0,1254	0,0054	0,0109	0,0005	80,73
0,1166	0,0033	0,1254	0,0054	0,0109	0,0005	80,73
0,1166	0,0033	0,1261	0,0054	0,0109	0,0005	87,16
0,1166	0,0033	0,1262	0,0054	0,0109	0,0005	88,07
0,1166	0,0033	0,1257	0,0054	0,0109	0,0005	83,49
0,1166	0,0033	0,1254	0,0054	0,0109	0,0005	80,73
0,1166	0,0033	0,1707	0,0071	0,0579	0,0028	93,44
0,1166	0,0033	0,1723	0,0072	0,0579	0,0028	96,20
0,1166	0,0033	0,1718	0,0072	0,0579	0,0028	95,34
0,1166	0,0033	0,1719	0,0072	0,0579	0,0028	95,51
0,1166	0,0033	0,1709	0,0071	0,0579	0,0028	93,78
0,1166	0,0033	0,1718	0,0072	0,0579	0,0028	95,34
0,1166	0,0033	0,3136	0,0126	0,2014	0,0083	97,82
0,1166	0,0033	0,3128	0,0126	0,2014	0,0083	97,42
0,1166	0,0033	0,3111	0,0125	0,2014	0,0083	96,57
0,1166	0,0033	0,3142	0,0126	0,2014	0,0083	98,11
0,1166	0,0033	0,3141	0,0126	0,2014	0,0083	98,06
0,1166	0,0033	0,3108	0,0125	0,2014	0,0083	96,43

Tabel 4.23 Hasil uji perolehan kembali timbal pada susu “Y” dari swalayan

Sampel yang tidak ditambah kadar timbal (C1)		Sampel yang ditambah kadar timbal (C2)		Kadar timbal yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
0,0680	0,0024	0,0768	0,0035	0,0109	0,0005	80,73
0,0680	0,0024	0,0775	0,0036	0,0109	0,0005	87,16
0,0680	0,0024	0,0768	0,0035	0,0109	0,0005	80,73
0,0680	0,0024	0,0768	0,0035	0,0109	0,0005	80,73
0,0680	0,0024	0,0776	0,0036	0,0109	0,0005	88,07
0,0680	0,0024	0,0768	0,0035	0,0109	0,0005	80,73
0,0680	0,0024	0,1237	0,0053	0,0579	0,0028	96,20
0,0680	0,0024	0,1238	0,0053	0,0579	0,0028	96,37
0,0680	0,0024	0,1235	0,0053	0,0579	0,0028	95,85
0,0680	0,0024	0,1228	0,0053	0,0579	0,0028	94,65
0,0680	0,0024	0,1221	0,0053	0,0579	0,0028	93,44
0,0680	0,0024	0,1237	0,0053	0,0579	0,0028	96,20
0,0680	0,0024	0,2656	0,0108	0,2014	0,0083	98,11
0,0680	0,0024	0,2624	0,0106	0,2014	0,0083	96,52
0,0680	0,0024	0,2636	0,0107	0,2014	0,0083	97,12
0,0680	0,0024	0,2643	0,0107	0,2014	0,0083	97,47
0,0680	0,0024	0,2642	0,0107	0,2014	0,0083	97,42
0,0680	0,0024	0,2659	0,0108	0,2014	0,0083	98,26

Tabel 4.24 Hasil uji perolehan kembali timbal pada susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Sampel yang tidak ditambah kadar timbal (C1)		Sampel yang ditambah kadar timbal (C2)		Kadar timbal yang ditambah dalam kadar sampel (S)		UPK (%)
Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	Konsentrasi (ppm)	Serapan	
0,0626	0,0023	0,0714	0,0033	0,0109	0,0005	80,73
0,0626	0,0023	0,0715	0,0033	0,0109	0,0005	81,65
0,0626	0,0023	0,0724	0,0034	0,0109	0,0005	89,91
0,0626	0,0023	0,0722	0,0033	0,0109	0,0005	88,07
0,0626	0,0023	0,0715	0,0033	0,0109	0,0005	81,65
0,0626	0,0023	0,0723	0,0034	0,0109	0,0005	88,99
0,0626	0,0023	0,1183	0,0051	0,0579	0,0028	96,20
0,0626	0,0023	0,1185	0,0051	0,0579	0,0028	96,55
0,0626	0,0023	0,1170	0,0051	0,0579	0,0028	93,96
0,0626	0,0023	0,1175	0,0051	0,0579	0,0028	94,82
0,0626	0,0023	0,1184	0,0051	0,0579	0,0028	96,37
0,0626	0,0023	0,1184	0,0051	0,0579	0,0028	96,37
0,0626	0,0023	0,0106	0,2601	0,2014	0,0083	98,06
0,0626	0,0023	0,2594	0,0105	0,2014	0,0083	97,72
0,0626	0,0023	0,2597	0,0105	0,2014	0,0083	97,86
0,0626	0,0023	0,2587	0,0105	0,2014	0,0083	97,37
0,0626	0,0023	0,2569	0,0104	0,2014	0,0083	96,47
0,0626	0,0023	0,0714	0,0033	0,0109	0,0005	80,73

Tabel 4.25 Hasil penentuan kadar kalsium dalam susu "X" dari daerah Depok, susu "Y" dari swalayan dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Sampel	Serapan sampel	Kadar sampel (ppm)	Berat sampel (gram)	Kadar kalsium dalam sampel (ppm)	Kadar kalsium rata-rata dalam sampel (ppm)
Susu "X" dari daerah Depok	2,9477	38,8296	10,0116	38,78	38,45
	2,9593	38,8639	10,0242	38,77	
	2,9239	37,8412	10,0127	37,79	
Susu "Y" dari swalayan	2,2130	29,1851	10,0369	29,08	29,00
	2,2253	29,1763	10,0220	29,11	
	2,1962	29,1457	10,1212	28,80	
Susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan	2,4138	31,8210	10,0267	31,74	30,72
	2,3757	31,3209	10,0179	31,26	
	2,2130	29,1851	10,0134	29,15	

Tabel 4.26 Hasil penentuan kadar kadmium dalam susu "X" dari daerah Depok, susu "Y" dari swalayan dan susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan

Sampel	Serapan sampel	Kadar sampel (ppm)	Berat sampel (gram)	Kadar kadmium dalam sampel (ppm)	Kadar kadmium rata-rata dalam sampel (ppm)
Susu "X" dari daerah Depok	0,0078	0,0223	10,0108	0,02	0,02
	0,0094	0,0262	10,0247	0,03	
	0,0081	0,0231	10,0121	0,02	
susu "Y" dari swalayan	0,0074	0,0213	10,0105	0,02	0,02
	0,0113	0,0309	10,0264	0,03	
	0,0079	0,0228	10,0122	0,02	
Susu "Z" dari daerah Jakarta Selatan	0,0042	0,0135	10,0124	0,01	0,02
	0,0068	0,0199	10,0219	0,02	
	0,0075	0,0212	10,0363	0,02	

Tabel 4.27 Hasil penentuan kadar timbal dalam susu “X” dari daerah Depok, susu “Y” dari swalayan dan susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan

Sampel	Serapan sampel	Kadar sampel (ppm)	Berat sampel (gram)	Kadar timbal dalam sampel (ppm)	Kadar timbal rata-rata dalam sampel (ppm)
Susu “X” dari daerah Depok	0,0033	0,1166	10,0132	0,12	0,15
	0,0047	0,1922	10,0217	0,19	
	0,0036	0,1328	10,0158	0,13	
susu “Y” dari swalayan	0,0024	0,0680	10,0263	0,07	0,07
	0,0230	0,0594	10,0129	0,06	
	0,0017	0,0653	10,0151	0,07	
Susu “Z” dari daerah Jakarta Selatan	0,0023	0,0626	10,0128	0,06	0,07
	0,0014	0,0612	10,0113	0,06	
	0,0035	0,0753	10,0236	0,08	

Lampiran 1 Cara memperoleh persamaan garis linier

Persamaan garis $y = bx + a$

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

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

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

Linearitas ditentukan berdasarkan nilai koefisien korelasi (r)

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

Lampiran 2 Cara perhitungan batas deteksi dan batas kuantitasi

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

$$V_{x_0} = \frac{S_{(y/x)}}{b\bar{x}} \times 100\%$$

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

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

Contoh :

Persamaan kurva kalibrasi kadmium : $y = 0,41 x - 0,001350$

$$S_{(y/x)} = \sqrt{\frac{(0,0066 - 0,0069)^2 + \dots + (0,0354 - 0,0356)^2}{6 - 2}} = 2,8062 \times 10^{-4}$$

$$V_{x_0} = \frac{2,8062 \times 10^{-4}}{0,41 \times 0,0783} \times 100\% = 1,21\%$$

$$\begin{aligned} \text{Batas deteksi kadmium} \quad : \text{LOD} &= \frac{3 \times 2,8062 \times 10^{-4}}{0,41} \\ &= 0,0021 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Batas kuantitasi kadmium} \quad : \text{LOQ} &= \frac{10 \times 2,8062 \times 10^{-4}}{0,41} \\ &= 0,0068 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Lampiran 3 Cara perhitungan simpangan baku dan koefisien variasi

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

$$\text{Simpangan baku : } SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

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

Contoh :

Hasil uji presisi kadmium pada susu "Y" dari swalayan dengan penambahan konsentrasi 0,06 ppm x_i diperoleh dari hasil pengurangan konsentrasi pengukuran dengan konsentrasi sampel.

$$\text{Konsentrasi pengukuran} = 0,0780 \text{ ppm}$$

$$\text{Konsentrasi sampel} = 0,0213 \text{ ppm}$$

$$\text{Maka, } x_i = 0,1237 \text{ ppm} - 0,0680 \text{ ppm} = 0,0567 \text{ ppm}$$

$$\text{Konsentrasi rata-rata : } \bar{x} = \frac{0,0567 + \dots + 0,0539}{6} = 0,0554$$

$$\text{Simpangan baku : } SD = \sqrt{\frac{(0,0567 - 0,0554)^2 + \dots + (0,0539 - 0,0554)^2}{6 - 1}} = 0,0014$$

$$\text{Koefisien variasi : } KV = \frac{0,0014}{0,0554} \times 100\% = 2,53\%$$

Lampiran 4 Cara perhitungan uji perolehan kembali

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

Keterangan :

C_1 = kadar sampel yang tidak ditambah kadar standar

C_2 = kadar sampel yang ditambah kadar standar

S = kadar standar yang ditambah dalam kadar sampel

Contoh :

Susu "Y" dari swalayan

C_1 = 0,0213 ppm

C_2 = 0,0780 ppm

S = 0,0594 ppm

Maka,

$$\text{UPK} = \frac{0,0780 - 0,0213}{0,0594} \times 100\% = 95,45\%$$

Lampiran 5 Cara perhitungan penetapan kadar

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

Keterangan :

C = Kadar sampel dari hasil pembacaan AAS

V = Volume akhir sampel yang di ad kan dalam labu ukur

Contoh :

Susu "Y" dari swalayan

C = 0,0213 ppm = 0,0213 µg/ml


V = 10,0 ml

Berat sampel = 10,0105 gram

Berat jenis sampel = 1,028 gram/ml

$$\begin{aligned} \text{Kadar kadmium dalam sampel} &= \frac{0,0213 \mu\text{g/ml} \times 10,0 \text{ ml}}{10,0105 \text{ gram}} \\ &= 0,0213 \mu\text{g/gram} \times 1,028 \text{ gram/ml} \\ &= 0,0213 \mu\text{g/ml} \end{aligned}$$

Lampiran 6 Sertifikat Analisis 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, CdSO ₄ ·8/3 H ₂ 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

Merck KGaA, Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt (Germany): +49 6151 72-0 Page 1 of 1
SA-7 Anfo: 20266853 1923765 - 1020270000/000000 V. 966

Lampiran 7 Sertifikat Analisis 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

Merck KGaA, Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt (Germany); +49 6151 72-0 Page 1 of 1
SA-7 Anl: 20281370 1890375 - 1071810000000000 V. 084

Lampiran 8 Sertifikat Analisis Kalsium Karbonat



TraceCERT[®]
Traceable Certified Reference Materials



Fluka
Analytical

Certificate

Produced in double accredited laboratory fulfilling
ISO/IEC 17025 and
ISO Guide 34

This certificate is designed in accordance with ISO Guide 31^[1].

Object of certification: Calcium standard for AAS

Fluka Product No.: 69349 (Lot 1398096 , Filling code 22708007)

Composition: Calcium carbonate (pure material) in 2% HNO₃ (prepared from HNO₃ TraceSELECT[®] and water TraceSELECT[®] Ultra, 18.2 MΩ cm and 0.22 μm filtered)

Density at 20°C: ρ = 1012 kg m⁻³ u_c(ρ) = 0.5 kg m⁻³

Intended use: Calibration of AAS, ICP-spectrometry, spectrophotometry or any other analytical technique

Storing and handling: This reference material shall be stored between 5°C and 30°C. The bottle's temperature must be 20°C and shaken well before every use. If storage of a partially used bottle is necessary, the cap should be tightly sealed and the bottle should be stored at reduced temperature (e.g. refrigerator) to minimize transpiration rate.

Expiry date: **10. June 2011**

Bottle opening date: _____

Certified value traceable to SI unit kg and uncertainty according to ISO Guide 35 ^[2] and Eurachem/CITAC Guide ^[3]		
Constituent	Certified value at 20°C ^[4]	Expanded uncertainty [U = k·u _c ; k = 2]
Calcium	1000 mg L ⁻¹	4 mg L ⁻¹
	988 mg kg ⁻¹	4 mg kg ⁻¹

1. CONCEPT OF CERTIFICATION AND TRACEABILITY STATEMENT

To guarantee top reliability of the values for this TraceCERT[®] certified reference material three independent procedures were followed. The values have to agree in the range of their uncertainties, but the impurity corrected value from the gravimetric preparation has been chosen as certified value^[5]:

1. Gravimetric preparation using pure materials is a practical realization of concentration units, through conversion of mass to amount of substance^[6]. If the purity of the materials is demonstrated and if contamination and loss of material is strictly prevented this approach allows highest accuracy and small uncertainties. The certified value of TraceCERT[®] reference materials is based on this approach and directly traceable to the SI unit kilogram. Therefore comprehensively characterized materials of high purity are used. All balances are certified by DKD and calibrated with OIML Class E2 (up to 12 kg) and F2 (up to 64 kg) weights.
2. The starting material is measured against a certified reference material (i.e. NIST, BAM or EMPA) followed by gravimetric preparation using balances calibrated with SI-traceable weights. Consequently the value calculated by this unbroken chain of comparisons is traceable to the reference to which the starting material is compared.
3. Whenever applicable the bottled TraceCERT[®] calibration solution is compared to a second reference (e.g. from NIST, BAM or EMPA) which is independent from the first reference.

Certificate page 1 of 2

Sigma-Aldrich Production GmbH, Industriestrasse 25, 9471 Buche/Switzerland,
 Tel +41-81-755-2511, Fax +41-81-756-5449, e-mail: fluka@sisl.com

SIGMA-ALDRICH[®]

(lanjutan)

Lampiran 8 Sertifikat Analisis Kalsium Karbonat

2. PURITY OF STARTING MATERIALS

For high purity materials ($P > 99.9\%$) the most appropriate way of purity determination is to quantify the impurities (w_i) and to subtract the sum from 100%. Impurities below the detection limit are considered with a contribution of half of the detection limit (DL_i).

$$P = 100\% - \sum_i w_i - \sum_j \left(\frac{DL_j}{2} \right)$$

Water containing materials were dried to absolute dryness by individual drying conditions (up to 600°C). When drying is impossible due to decomposition water was determined by high-precision KF-titration under supervision of H. Hoffmann at Sigma-Aldrich Laborchemikalien, Seelze (Germany). Water *TraceSELECT*[®]Ultra (18.2 MΩ·cm; 0.22 μm filtered, all metallic traces at ng kg⁻¹-level) and acid in *TraceSELECT*[®] quality was used for preparation.

3. TRACEABILITY MEASUREMENTS

Only internationally accepted reference materials e.g. from NIST (USA), BAM (Germany) or EMPA – Material Science & Technology (Switzerland) have been carefully selected to provide the basis for traceability to the SI unit Mole. When no such reference is available, an elemental metal or an adequate salt of highest available purity is used to confirm traceability to this pure material (and therefore to the SI unit kg).

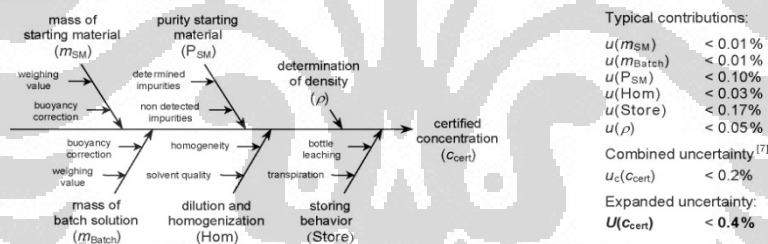
To underpin the certified gravimetric value all traceability measurements are performed with the most accurate and precise analytical technique available. Therefore titrimetry measurement series are applied whenever possible (corrected for trace impurities). When no titrimetric technique is available, the traceability measurements are performed with another analytical technique, e.g. ICP-OES or AAS.

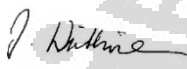




Reference and applied technique used for traceability measurements of the starting material:
NIST SRM 728 / complexometric titration

Reference and applied technique used for traceability measurements of the bottled solution:
BAM 365 / complexometric titration

4. UNCERTAINTY EVALUATION

All uncertainties are calculated according to Eurachem/CITAC Guide^[3] and reported as combined expanded uncertainties at the 95% confidence level. For gravimetric preparation the uncertainty contributions are illustrated by the following cause-effect diagram^[6]:



Certification laboratory	Certification body	Date of release	Quality systems
 J. Wuethrich	 K.-D. Schmidt, Ph.D.	July 4 th 2008	   SRMS 001 ISO Guide 34 STS 490 ISO 17025 16368-02 ISO 9001

- [1] ISO Guide 31, 1-7, 2nd Ed. (2000), "Reference materials - Contents of certificates and labels"
- [2] ISO Guide 35, 1-64, 3rd Ed. (2006), "Reference materials - General and statistical principles for certification"
- [3] Eurachem/CITAC Guide, 1-120, 2nd Ed. (2000), "Quantifying uncertainty in analytical measurement"
- [4] The mg kg⁻¹ value is the certified value whereas the mg L⁻¹ value is calculated with the density
- [5] Eurachem/CITAC Guide, 1-37, 1st Ed. (2003) "Traceability in chemical measurement"
- [6] Reichmuth, A., Wunderli, S., Weber, M., Meyer, V. R. (2004), The uncertainty of weighing data obtained with electronic analytical balances, *Microchimica Acta* 148: 133-141.
- [7] Calculated by combination of the squared contribution values

Certificate page 2 of 2

Sigma-Aldrich Production GmbH, Industriestrasse 25, 9471 Buchs/Switzerland,
Tel +41-81-755-2511, Fax +41-81-756-5449, e-mail: fluka@stal.com

SIGMA-ALDRICH