

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA KERANG HIJAU
(*Perna viridis*) DAN KERANG DARAH (*Anadara granosa*) SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**



Oleh :

Tri Wulandari Setiyoningsih
27151357C

**PROGRAM STUDI D-III ANALIS FARMASI DAN MAKANAN
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA
2018**

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA KERANG HIJAU
(*Perna viridis*) DAN KERANG DARAH (*Anadara granosa*) SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

*Karya Tulis Ilmiah
Untuk Memenuhi Sebagian Persyaratan Sebagai
Ahli Madya Analis Farmasi dan Makanan
Program Studi D- III Analis Farmasi dan Makanan pada
Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi*

Oleh :

**Tri Wulandari Setiyoningsih
27151357C**

**PROGRAM STUDI D-III ANALIS FARMASI DAN MAKANAN
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA
2018**

PENGESAHAN KARYA TULIS ILMIAH
Berjudul

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA KERANG HIJAU
(*Perna viridis*) DAN KERANG DARAH (*Anadara granosa*) SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

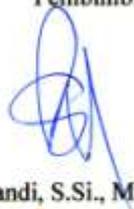
Oleh :

Tri Wulandari Setiyoningsih
27151357C

Dipertahankan di hadapan panitia Penguji Karya Tulis Ilmiah
Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi
Pada Tanggal : 10 Juli 2018

Mengetahui
Fakultas Farmasi
Universitas Setia Budi
Dekan

Pembimbing



Iswandi, S.Si., M.Farm., Apt



Prof. Dr. R. S. Oetari, SU., MM., M.Sc., Apt

Penguji:

1. Dr. Supriyadi, M.Si
2. Endang Sri Rejeki, M.Si., Apt
3. Iswandi, S.Si., M.Farm., Apt

1.
2.
3.

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa tugas akhir ini hasil pekerjaan dan penelitian saya sendiri, tidak terdapat karya yang diajukan untuk memperoleh gelar Ahli Madya di suatu perguruan tinggi. Sepanjang sepengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau di terbitkan oleh, kecuali yang secara tertulis sebagai acuan dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila tugas akhir ini merupakan jiplakan dari penelitian, karya ilmiah, atau skripsi orang lain, maka saya bersedia menerima sanksi baik secara akademis maupun hukum. Demikian pernyataan ini saya buat dengan semestinya.

Surakarta, Juni 2018



Penulis

HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmanirrahim.

Dengan Rahmat Allah yang Maha Pengasih Lagi Maha Penyayang...

Dengan ini Saya Persembahkan Karya Sederhana ini Kepada Orang-orang yang sangat ku Kasih dan Kusayangi Teruntuk :

1. Orang tua

Ibu dan Bapakku Tercinta yang telah memberikan semangat dan kasih sayang pengorbanan, dukungan dan kebahagiaan dalam hidupku.

2. Kakak – kakakku

Kedua kakak kandungku dan keponakanku yang selama ini telah menjadi pendukungku.

3. Kekasihku

Untuk tunanganku tercinta mas Ricky Fajar Subeki yang selalu ada memberikan semangat disaat senang atau sedih serta mendukungku untuk menyelesaikan tugas akhir ini dengan tepat waktu.

4. Teman – teman Seangkatan

Untuk sahabat tersayang mbak Aqsyia, Tika, Dyah, Winda, Kiky, Yoga, Prietta, Devi, Rina, Erwin, Dede, Ikhfa, Rensi, Sakde, Anis, Ida, Hally terima kasih telah menemani dan membimbingku serta memberikan semangat dalam mengerjakan.

5. Pembimbingku

Untuk dosen pembimbingku Bapak Iswandi, S.Si., M.Farm., Apt., terima kasih telah memberikan banyak ilmu pengetahuan serta baik dan sabar dalam membimbingku dan menyelesaikan tugas akhirku.

6. Penguji

Kedua dosen penguji terima kasih telah memberikan kritik dan saran yang sangat membangun untuk tugas akhirku.

7. Dosen

Untuk semua dosen pengajar DIII ANAFARMA terima kasih telah memberikan ilmu kepadaku dengan sabar hingga aku bisa menyusun tugas akhir ini.

8. Alamamater Universitas Setia Budi Surakarta

Untuk Universitas Setia Budi Surakarta terima kasih telah diberi kesempatan untuk kuliah disini dan tidak lupa akan selalu ku jaga nama baik almamater ini.

9. Karyawan Balai Mutu Hasil Pertanian dan Perkebunan

Karyawan Balai Mutu Hasil Pertanian dan Perkebunan Seksi Tanaman Perkebunan Surakarta terutama mas Sunu dan mbak Marsi, terimakasih telah memberikan saran saran yang baik hingga sampai praktekku selesai.

KATA PENGANTAR

Puji syukur saya panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa, karena atas berkat dan rahmat-Nya saya dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah yang berjudul “**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA KERANG HIJAU (*Perna viridis*) DAN KERANG DARAH (*Anadara granosa*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**”. Penulisan Karya Tulis Ilmiah ini dilakukan untuk memenuhi salah satu syarat untuk memperoleh gelar Ahli Madya pada jurusan Analis Farmasi dan Makanan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi Surakarta.

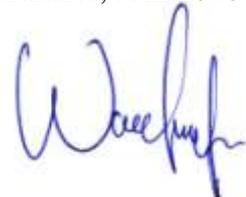
Saya menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari pihak sangatlah sulit bagi saya untuk menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini. Oleh karena itu saya ucapkan terimakasih kepada :

1. Dr. Ir. Djoni Taringan, MBA., selaku Rektor Universitas Setia Budi Surakarta .
2. Prof. Dr. R.A. Oetari, SU., MM., M.Sc., Apt., selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi Surakarta.
3. Mamik Ponco Rahayu, M.Si., Apt., selaku Kepala Program studi D-III Analis Farmasi dan Makanan Universitas Setia Budi Surakarta.
4. Iswandi, S.Si., M.Farm., Apt selaku Dosen Pembimbing dalam penulisan karya tulis ilmiah yang telah memberikan arahan dan masukan sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.

5. Segenap dosen pengajar Program Studi D-III Analis Farmasi dan Makanan yang telah membagikan ilmu yang berguna untuk penyusunan Karya Tulis Ilmiah ini.
6. Ibu dan Bapak penguji yang telah meluangkan waktunya untuk menguji dan memberikan masukan guna menyempurnakan Karya Tulis Ilmiah ini.
7. Segenap Staf Laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta yang telah memberikan pelayanan dari awal kuliah sampai terselesaikannya Karya Tulis Ilmiah ini dengan baik dan lancar.
8. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu yang telah membantu dalam penyusunan Karya Tulis Ilmiah ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan Karya Tulis Ilmiah ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu saran serta nasihat yang membangun sangat penulis harapkan. Akhirnya kata penulis berharap semoga Karya Tulis Ilmiah ini dapat bermanfaat khususnya bagi penulis sendiri dan umumnya dapat menambah pengetahuan dan wawasan bagi para pembaca.

Surakarta, Juni 2018



Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
PENGESAHAN KARYA TULIS ILMIAH.....	ii
PERNYATAAN	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
INTISARI	xiii
ABSTRACT.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
A. Latar Belakang Masalah.....	1
B. Perumusan Masalah	3
C. Tujuan penelitian.....	3
D. Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
A. Kerang	4
1. Kerang hijau (<i>Perna viridis</i>)	4
2. Kerang darah (<i>Anadara granosa</i>)	5
B. Timbal (Pb)	6
1. Bahaya timbal (Pb)	8
2. Kegunaan timbal	9
3. Analisis logam berat timbal (Pb)	10
C. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	10
1. Instrumentasi.....	11
1.1. Sumber Cahaya	11
1.2. Sistem Atomisasi.	12

1.3. Monokromator.....	13
1.4. Detektor.....	13
1.5. Readout.....	13
2. Kelebihan dan Keterbatasan Spektrofotometri Serapan Atom	13
2.1 Kelebihan.....	13
2.2 Keterbatasan.....	13
3. Gangguan pada analisis dengan SSA.....	14
3.1. Gangguan Matriks.....	14
3.2. Gangguan Kimia.....	14
3.3. Gangguan oleh Penyerapan non-atomik.....	14
D. Validasi Metode Uji.....	15
1. Akurasi.....	15
2. Presisi.....	16
3. Linearitas.....	17
4. LOD dan LOQ.....	18
E. Landasan Teori.....	18
F. Hipotesis.....	19
BAB III METODE PENELITIAN	21
A. Populasi dan Sampel	21
B. Variabel Penelitian.....	21
1. Identifikasi variabel utama.....	21
2. Klasifikasi variabel utama.....	21
3. Definisi operasional variabel utama.....	22
C. Bahan dan Alat.....	22
1. Bahan dan sampel	22
2. Alat.....	23
D. Jalannya Penelitian.....	23
1. Preparasi sampel	23
2. Pembuatan larutan stok baku timbal (Pb)	23
3. Pembuatan kurva baku timbal (Pb).....	24
E. Analisis Hasil	24

1. Preparasi sampel	24
2. Pembuatan kurva baku timbal (Pb).....	24
3. Penentuan kadar sampel.....	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
A. Hasil	25
B. Hasil Penentuan Kadar Sampel.....	27
C. Validasi Metode	30
1. Linearitas.....	31
2. Akurasi	31
3. Presisi	32
4. LOD dan LOQ	33
BAB V PENUTUP	34
A. Kesimpulan	34
B. Saran.....	34
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN	37

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Instrumentasi Spektrofotometri Serapan Atom (Gandjar dan Rohman, 2007)	11
Gambar 2. Kurva Baku Logam Berat Timbal (Pb)	26
Gambar 3. Hasil analisis Kandungan Logam Timbal (Pb) pada Kerang	27
Gambar 4. Hasil Output SPSS Uji Kolmogorov Smimov pada Analisis logam timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah	29
Gambar 5. Hasil Output Uji Independent Sampel T-test Pada Analisis Logam Timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah.....	29
Gambar 6. Hasil Output SPSS Uji Test of Homogeneity of Variances pada analisis logam timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah	30
Gambar 7. Linearitas Baku Logam Berat Timbal (Pb)	31

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Hasil analisis logam timbal (Pb) pada sampel	28
Tabel 2. Data Hasil Perhitungan Recovery	32
Tabel 3. Data Perhitungan Presisi	32
Tabel 4. Data LOD dan LOQ	33

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan.	37
Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan Standar	38
Lampiran 3. Kurva Baku Logam Berat Timbal (Pb)	41
Lampiran 4. Hasil Penimbangan Sampel.....	43
Lampiran 5. Perhitungan Kadar Logam Berat Timbal (Pb)	44
Lampiran 6. Data dan Perhitungan Presisi.....	48
Lampiran 7. Data dan Perhitungan Akurasi.....	50
Lampiran 8. Data dan Perhitungan LOD dan LOQ	53
Lampiran 9. Independent Sampel T-Test.....	54
Lampiran 10. Sampel Kerang Hijau dan Kerang Darah	55
Lampiran 11. Uji Kuantitatif.....	56
Lampiran 12. SNI 7387-2009 Batas Maksimum Cemarannya Dalam Kerang	59

INTISARI

SETIYONINGSIH, T.W., 2018, PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA KERANG HIJAU (*Perna viridis*) DAN KERANG DARAH (*Anadara granosa*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA), KARYA TULIS ILMIAH, FAKULTAS FARMASI, UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA.

Kerang adalah makanan yang digemari masyarakat di Indonesia. Kerang juga memiliki banyak kandungan gizi seperti Protein, Vitamin A, vitamin C, Kalsium, Zat besi, Vitamin B12, Vitamin B6, dan Karbohidrat. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui adanya kandungan logam Timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah.

Penelitian dilakukan dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom, dimana sampel kerang harus dilakukan destruksi basah untuk memisahkan logam timbal (Pb) dengan senyawa organik pada sampel tersebut. Hasil destruksi dengan HNO₃ pekat kemudian dicuci dengan HNO₃ 10% sebanyak 2kali dan dikeringkan kemudian larutkan dengan aquabides. Larutan sampel kemudian dibaca pada panjang gelombang 217nm. Absorbansi sampel yang didapat kemudian dimasukkan kedalam persamaan regresi linier yang telah dibuat $y = 0,0266 x + 0,0008$ untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) pada sampel.

Hasil analisis kadar logam timbal (Pb) pada sampel yaitu kerang hijau sebesar 0,2537 mg/kg, kerang darah sebesar 0,1867 mg/kg. Kadar logam timbal (Pb) pada kerang masih aman dikonsumsi tidak melewati batas ambang yang telah ditetapkan. Berdasarkan SNI 7387-2009 batas maksimum cemaran logam timbal pada kerang sebesar 1,5 mg/kg.

Kata Kunci : kerang, logam timbal (Pb), destruksi, spektrofotometri serapan atom

ABSTRACT

SETIYONINGSIH, T.W., 2018, DETERMINATION OF LEAD (Pb) METAL AMOUNT IN GREEN CLAMS (*Perna viridis*) AND BLOOD CLAMS (*Anadara granosa*) BY USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY, SCIENTIFIC PAPER, FACULTY OF PHARMACY, UNIVERSITAS SETIA BUDI SURAKARTA.

Clams are the food liked by people in Indonesia. Clams also contain much nutrition such as protein, vitamin C, calcium, iron, vitamin B12, vitamin B6, and carbohydrate. This research aims to determine the content of lead (Pb) metal in green clams and blood clams.

The research was done by using the atomic absorption spectrophotometry, in which the clam samples must be wetly destructed to separate the lead (Pb) metal with the organic compound in those samples. The destruction result with concentrated HNO₃ was then washed with 10% of HNO₃ for two times, dried, and dissolved with aqua bides. The sample solution was then read in the wavelength of 217 nm. The absorbency sample obtained was then put inside the linier regression equity that had been made which is $y = 0,0266 x + 0,0008$ to determine the amount of lead (Pb) metal in the sample.

The analysis results of the lead (Pb) metal amount in the samples are 0,2537 mg/kg and 0,1867 mg/kg for the green clams and blood clams respectively. The amount of lead (Pb) metal in the clams are still safe to be consumed as long as it does not exceed the threshold amount set. Based on SNI 7387-2009, the maximum amount of lead (Pb) metal amount in the clams safe to be consumed is 1,5 mg/kg.

Keywords : Clams, Lead Metal (Pb), Destruction, Atomic Absorption Spectrophotometry

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Negara Indonesia adalah negara yang dikelilingi oleh laut, sebagian besar Indonesia adalah lautan, Indonesia memiliki kekayaan hasil laut yang melimpah. Kelangsungan hidup masyarakat Indonesia masih bergantung pada alam, terutama pada hasil laut yaitu kerang. Hasil kekayaan laut yang melimpah menjadi penghasilan utama bagi masyarakat Indonesia. Kerang adalah makanan yang digemari masyarakat di Indonesia. Kerang juga memiliki banyak kandungan gizi seperti protein, vitamin A, vitamin C, kalsium, zat besi, vitamin B12, vitamin B6, dan karbohidrat. Kerang memiliki berbagai jenis yaitu kerang darah atau kerang merah, kerang hijau, kerang bambu, kerang tiram, kerang bulu, kerang simping, kerang macan dan kerang kepah.

Logam dan mineral lainnya hampir selalu ditemukan di dalam air tawar dan air laut, walaupun jumlahnya sangat terbatas. Beberapa logam itu bersifat esensial dan sangat dibutuhkan dalam proses kehidupan, misalnya kalsium (Ca), fosfor (P), magnesium (Mg) yang merupakan logam ringan berguna untuk pembentukan kutikula atau sisik pada ikan dan udang. Tembaga (Cu), seng (Zn), mangan (Mn), merupakan logam berat yang sangat bermanfaat dalam pembentukan haemosianin dalam sistem darah dan enzimatik pada hewan air (Darmono, 1995).

Beberapa macam logam biasanya dominan dari pada logam lainnya. Dalam air, hal ini sangat tergantung pada asal sumber air yaitu air tanah dan air sungai. Jenis air juga mempengaruhi kandungan logam di dalamnya (air tawar, air payau dan air laut). Air sungai di daerah hulu mungkin kandungan logamnya akan berbeda dengan air sungai dekat muara. Hal ini disebabkan dalam perjalanannya air tersebut mengalami beberapa kontaminasi, baik karena erosi maupun pencemaran dari sepanjang tepi sungai. Kandungan logam air laut juga berbeda-beda, seperti di daerah pantai, daerah dekat muara sungai, dan daerah laut lepas. Daerah pantai lebih memiliki kandungan logam lebih tinggi daripada daerah laut lepas (Darmono, 1995).

Logam Timbal jika sudah masuk ke dalam tubuh kita maka akan terserap. Pada tubuh manusia, logam berat Timbal dapat memberikan efek pada kesehatan kita tergantung pada bagian mana logam berat tersebut terikat di dalam tubuh. Daya racun yang dimiliki akan berkerja sebagai kerja enzim, sehingga proses metabolisme tubuh dapat terputus. Logam berat juga dapat sebagai penyebab alergi, karsinogen pada manusia dan dalam konsentrasi yang tinggi dapat menyebabkan kematian.

Dilakukan analisis kadar logam berat Timbal pada kerang darah dan kerang hijau secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Kerang yang digunakan diambil dari penjual di Pasar Ikan Nusukan Surakarta. Menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) karena metode ini memiliki sensitifitas yang tinggi, sederhana, mudah, murah, cepat dan cuplikan yang digunakan juga sedikit.

B. Perumusan Masalah

Adapun yang menjadi permasalahan dalam penelitian ini adalah :

1. Berapa kadar kandungan logam timbal pada kerang hijau dan kerang darah?
2. Apakah kandungan logam timbal pada sampel kerang hijau dan kerang darah memenuhi persyaratan yang ditetapkan oleh Baku Mutu SNI 7387-2009 dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom?

C. Tujuan penelitian

Tujuan penyusunan karya tulis ini adalah :

1. Mengetahui kandungan logam timbal pada kerang hijau dan kerang darah dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom.
2. Membandingkan kadar logam timbal pada kerang hijau dan kerang darah dengan Baku Mutu SNI 7387-2009.

D. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dari penelitian Karya Tulis Ilmiah ini adalah :

1. Sebagai hasil karya tulis ilmiah yang dapat berguna bagi pengembangan kajian dan penelitian lebih lanjut oleh pihak-pihak yang berkepentingan.
2. Memberikan informasi kepada konsumen bahwa kerang hijau dan kerang darah kemungkinan ada kandungan logam timbal (Pb).

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Kerang

1. Kerang hijau (*Perna viridis*)

Kerang hijau (*Perna viridis*) memiliki nama yang berbeda di Indonesia seperti kijing, kaung-kaung, kapal-kapalan, kedaung, dan kemudi kapal. Menurut Vakily, (1989) kerang hijau (*Perna viridis*) diklasifikasikan sebagai berikut :

Filium : Muloska

Kelas : Bivalvia

Subkelas : Lamellibranchia

Ordo : Anisomyria

Familia : Mytilidae

Genus : *Perna*

Spesies : *Perna viridis*

Kerang hijau hidup di daerah pantai dan penyebaranya di daerah tropik pada kisaran suhu 27-37°C. Kerang hijau memiliki cangkang simetris dan berwarna hijau kecoklatan. Tubuh kerang hijau terbagi menjadi tiga bagian yaitu kaki, mantel dan organ dalam. Kedua bagian mantel dihubungkan dengan engsel sehingga mantel dapat terbuka dan tertutup. Mantel merupakan bagian tipis yang berfungsi untuk melindungi organ dalam kerang. Bagian belakang mantel terdapat dua lubang yang disebut sifon yang berfungsi untuk keluar masuknya air. Kaki kerang berupa bagian pipih yang terdapat dalam cangkang yang akan menjulur

keluar saat akan berjalan. Organ dalam kerang hijau terdiri atas insang yang berlapis-lapis berjumlah dua pasang yang mengandung banyak pembuluh darah, organ pencernaan, organ jantung dan alat sekresi (Kastawi, 2008).

2. Kerang darah (*Anadara granosa*)

Kerang darah (*Anadara granosa*) memiliki nama yang berbeda di Indonesia seperti kerang darah, kerang dagu dan kerang bukur. Kerang darah (*Anadara granosa*) dapat di klasifikasikan sebagai berikut :

Kingdom : Animalia
Filius : Mollusca
Kelas : Pelecypoda/Bivalvia
Subkelas : Lamellibranchia
Ordo : Taxodonta
Familia : Arcidae
Genus : *Anadara*
Spesies : *Anadara granosa*

Kerang darah (*Anadara granosa*) merupakan salah satu jenis kerang yang berpotensi dan bernilai ekonomis tinggi untuk dikembangkan sebagai sumber protein dan mineral untuk memenuhi kebutuhan pangan masyarakat Indonesia. Upaya mempertahankan kelangsungan hidupnya, makhluk hidup berinteraksi dengan lingkungan dan cenderung untuk memilih kondisi lingkungan serta tipe habitat yang terbaik untuk tetap tumbuh dan berkembangbiak. Faktor-faktor yang mempengaruhi pertumbuhan kerang yaitu musim, suhu, salinitas, substrat, makanan, dan faktor kimia air lainnya yang berbeda-beda pada masing-masing

daerah. Kerang darah banyak ditemukan pada substrat yang berlumpur. Kerang darah bersifat infauna yaitu hidup dengan cara membenamkan diri dibawah permukaan lumpur, ciri-ciri dari kerang darah adalah mempunyai dua keping cangkang yang tebal, ellips, dan kedua sisi sama, kurang lebih 20 ribu. Cangkang berwarna putih ditutupi periostrakum yang berwarna kuning kecoklatan sampai coklat kehitaman. Ukuran kerang dewasa 6-9 cm (Latifah, 2011).

B. Timbal (Pb)

Logam Timbal (Pb) merupakan logam berat yang terdapat secara alami didalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami maupun buatan. Apabila Timbal terhirup atau tertelan oleh manusia, akan beredar mengikuti aliran darah, diserap kembali di dalam ginjal dan otak, dan disimpan di dalam tulang dan gigi. Manusia terkontaminasi timbal melalui udara, debu, air, dan makanan (Fauzi, 2008). Logam Pb merupakan logam lunak yang berwarna kebiru-biruan atau abu-abu keperakan, memiliki berat atom 207,21 dengan berat jenis 11,34 dengan titik leleh pada 327,5°C dan titik didih 1.740°C pada tekanan atmosfer. Timbal mempunyai nomor atom terbesar dari semua unsur yang stabil, yaitu 82. Seperti halnya merkuri yang juga merupakan logam berat. Timbal adalah logam yang dapat merusak sistem syaraf jika terakumulasi dalam jaringan halus dan tulang untuk waktu yang lama (yusuf, 2008 dalam Kurniawati, 2011).

Salah satu faktor yang menyebabkan tingginya kontaminasi Timbal pada lingkungan adalah pemakaian bensin bertimbal yang masih tinggi di Indonesia untuk mempermudah bensin premium terbakar, titik bakarnya harus diturunkan

melalui peningkatan bilangan oktan dengan penambahan timbal dalam bentuk *Tetra Ethyl Lead (TEL)*. Namun dalam proses pembakaran, timbal dilepas kembali bersama-sama sisa pembakaran lainnya ke udara dan siap masuk ke dalam sistem pernafasan manusia (Darmono, 1995).

Logam berat dalam konsentrasi yang tinggi dapat mengakibatkan kematian beberapa jenis biota perairan. Timbal dalam konsentrasi yang rendah logam berat dapat membunuh organisme hidup dan proses ini diawali dengan penumpukan logam berat dalam tubuh biota. Lama kelamaan, penumpukan yang terjadi pada organ target dari logam berat akan melebihi daya toleransi dari biotanya dan hal ini menjadi penyebab dari kematian biota terkait (Palar, 1994). Peningkatan kadar logam berat dalam air akan mengakibatkan logam berat yang semula dibutuhkan untuk berbagai proses metabolisme akan berubah menjadi racun bagi organisme. Selain bersifat racun logam berat juga akan terakumulasi dalam sedimen dan biota melalui proses gravitasi, biokonsentrasi, bioakumulasi dan biomagnifikasi oleh biota air.

Sumber logam berat bisa berasal dari aktivitas manusia di laut maupun di darat. Aktivitas di laut berasal dari pembuangan sampah-sampah, air ballas dari kapal, penambangan logam di laut, penambangan minyak lepas pantai, kecelakaan kapal tanker dan lain-lain. Sementara yang bersumber dari aktivitas manusia di darat dapat berasal dari limbah-limbah domestik, limbah perkotaan, pertambangan, pertanian dan perindustrian serta asap-asap kendaraan (Amin 2012). Selain mencemari air, logam berat juga akan mengendap di dasar perairan yang mempunyai waktu tinggal (*residence time*) sampai ribuan tahun dan logam

berat akan terkonsentrasi kedalam tubuh makhluk hidup dengan proses bioakumulasi dan biomagnifikasi melalui beberapa jalan yaitu: melalui saluran pernapasan, saluran makanan dan melalui kulit (Darmono, 2001).

1. Bahaya timbal (Pb)

Timbal (Pb) merupakan logam yang bersifat neurotoksin yang dapat masuk dan terakumulasi dalam tubuh manusia sehingga bahayanya terhadap tubuh semakin meningkat. Timbal (Pb) tidak larut dalam air, kadar maksimum timbal (Pb) yang diperkenankan pada air adalah 0,005 mg/L (Depkes, 2002). Dampak akumulasi timbal (Pb) dalam tubuh manusia yaitu pada anak dapat menyebabkan gangguan pada fase awal pertumbuhan fisik dan mental yang kemudian berakibat pada fungsi kecerdasan dan kemampuan akademik. Dalam jangka lama timbal (Pb) terakumulasi pada gigi, gusi dan tulang. Jika konsentrasi timbal (Pb) meningkat, akan terjadi anemia dan kerusakan fungsi otak serta kegagalan fungsi ginjal sedangkan keracunan timbal (Pb) pada orang dewasa ditandai dengan gejala seperti pucat, sakit dan kelumpuhan.

Timbal (Pb) dapat menyebabkan keracunan kronik dan akut. Keracunan Pb kronik yang artinya keracunan yang terjadi setelah mengkonsumsi Pb dalam jumlah sedikit tetapi terus-menerus, dalam jangka panjang akan menimbulkan keracunan yang ditandai dengan depresi, sakit kepala, sulit berkonsentrasi, daya ingat terganggu, dan sulit tidur. Gejala yang berupa mual, muntah sakit perut hebat, kelainan fungsi otak, anemia berat, kerusakan ginjal, bahkan kematian, dapat terjadi dalam waktu 1-2 hari (Darmono, 1995).

Menurut Winarno (1993), Pb merupakan racun syaraf (neuro toxin) yang bersifat kumulatif, destruktif dan kontinu pada sistem haemofilik, kardiovaskuler dan ginjal. Anak yang telah menderita toksisitas timbal cenderung menunjukkan gejala hiperaktif, mudah bosan, mudah terpengaruh, sulit berkonsentrasi terhadap lingkungannya termasuk pada pelajaran, serta akan mengalami gangguan pada masa dewasanya nanti yaitu anak menjadi lamban dalam berfikir, biasanya orang akan mengalami keracunan timbal bila ia mengonsumsi timbal sekitar 0,2 sampai 2mg/hari.

2. Kegunaan timbal

Penggunaan timbal terbesar adalah dalam produksi baterai penyimpanan untuk mobil, dimana digunakan timbal metalik dan komponen-komponenya. Penggunaan lainya dari timbal adalah untuk produk-produk logam seperti amunisi, pelapis kabel, pipa dan solder, bahan kimia, pewarna, dan lain-lainnya. Penggunaan timbal yang bukan alloy terutama terbatas pada produk-produk yang harus tahan karat. Sebagai contoh, pipa timbal digunakan untuk pipa-pipa yang akan mengalirkan bahan-bahan kimia yang korosif, lapisan timbal digunakan untuk melapisi tempat-tempat cucian yang sering mengalami kontak dengan bahan-bahan korosif, dan timbal juga digunakan sebagai pelapis kabel listrik yang akan digunakan didalam tanah atau dibawah permukaan air. Komponen timbal juga digunakan sebagai pewarna cat karena kelarutannya di dalam air rendah, dapat berfungsi sebagai pelindung, dan terdapat dalam berbagai warna. Timbal juga digunakan sebagai campuran dalam pembuatan pelapis keramik yang disebut *glaze*. *Glase* adalah lapisan tipis gelas yang menyerap kedalam permukaan tanah

liat yang digunakan untuk membuat keramik. Komponen timbal yaitu PbO ditambahkan ke dalam *glaze* untuk membentuk sifat mengkilap yang tidak dapat dibentuk dengan oksida lainnya (Srikandi, 1992).

3. Analisis logam berat timbal (Pb)

Analisis logam berat timbal (Pb) dapat dilakukan dengan dua metode yaitu metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dan metode *Inductively Coupled Plasma (ICP)*. Metode *Inductively Coupled Plasma (ICP)* adalah sebuah teknik analisis yang digunakan untuk deteksi dari trace metals dalam sampel lingkungan pada umumnya. Prinsip utama ICP dalam penentuan elemen adalah pengatomisasian elemen sehingga memancarkan cahaya panjang gelombang tertentu yang kemudian dapat diukur. (Anonim, 2011).

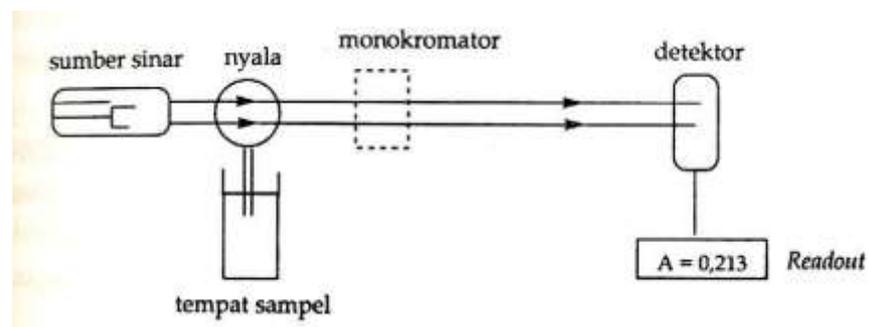
C. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Metode analisis dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (*Atomic Absorption Spectrophotometry*) merupakan metode yang sangat populer untuk menganalisis logam berat karena disamping relatif sederhana, metode ini sangat selektif dan sangat sensitif. Metode Spektrofotometri Serapan Atom menjadi salah satu metode analisis yang sering digunakan untuk pengukuran sampel logam berat dengan kadar yang sangat kecil (Broekaert, 2002 dalam Pradita, 2016). Spektrofotometri Serapan Atom digunakan untuk analisis kuantitatif unsur-unsur logam dalam jumlah sekelumit (*trace*) dan sangat kelumit (*ultratrace*). Cara analisis ini memberikan kadar logam dalam suatu sampel dan tidak tergantung pada bentuk molekul dari logam dalam sampel

tersebut. Spektrofotometri Serapan Atom didasarkan pada penyerapan energi sinar oleh atom-atom netral, dan sinar yang diserap biasanya sinar tampak atau ultraviolet. Perbedaan terletak pada bentuk spectrum, cara pengerjaan sampel dan peralatannya. Metode Spektrofotometri Serapan Atom berprinsip pada absorbansi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu tergantung sifat unsurnya.

1. Instrumentasi

Terdapat lima komponen utama dalam instrumen spektrofotometer serapan atom, yaitu : sumber cahaya, sistem atomisasi, monokromator, detektor, dan alat pembaca (Parkin – Elmer Corp., 1996).



Gambar 1. Instrumentasi Spektrofotometri Serapan Atom (Gandjar dan Rohman, 2007)

1.1. Sumber Cahaya. Sumber cahaya yang lazim digunakan adalah Hollow Cathode Lamp (HCL). HCL terdiri atas tabung kaca tertutup berbentuk silinder berongga yang terbuat dari logam atau dilapisi logam tertentu. Tabung logam ini terdiri dari 2 bagian (anoda dan katoda) yang diisi dengan gas mulia (Neon dan Argon) dengan tekanan yang rendah. Pada ujung silinder dari kuarsa yang transparan terhadap radiasi yang dilepaskan, HCL ini dihubungkan dengan sumber energi. Aliran arus listrik menyebabkan atom unsur logam katoda akan

mengalami eksitasi dan menghasilkan spektrum yang spesifik untuk unsur logam tersebut (Departement of Chemistry and Biochemistry NMSU, 2006).

1.2. Sistem Atomisasi. Sistem atomisasi yang digunakan pada SSA dapat berupa nyala atau elektrotermal. SSA yang memiliki sistem atomisasi nyala disebut *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry* (FAAS), sedangkan SSA yang memiliki sistem atomisasi elektrotermal disebut *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry* (GFAAS) (Vandecasteele dan Block, 1993).

Larutan sampel pada sistem atomisasi nyala yaitu larutan sampel yang mengandung logam dalam bentuk garam akan diubah menjadi aerosol dengan dilewatkan pada nebulizer, kemudian adanya penguapan pelarut, butiran aerosol akan menjadi padatan. Setelah itu, terjadi perubahan bentuk dari padatan menjadi gas dan senyawa yang terdapat dalam sampel berisosiasi menjadi bentuk atom – atomnya (Vandecasteele dan Block, 1993; Welz dan Sperling, 2005). Atom – atom yang berada pada tingkat energi terendah kemudian akan menyerap radiasi yang diberikan oleh sumber cahaya (Welz dan Sperling, 2005).

Terdapat dua buah kombinasi oksida – bahan bakar yang sering digunakan dalam SSA, yaitu udara – asetilen dan nitrogen oksida – asetilen lebih banyak digunakan untuk analisis unsur dengan SSA. Suhu dari campuran gas ini sekitar 2300^oC sedangkan campuran nitrogen oksida – asetilen suhunya dapat mencapai maksimum hingga 2000^oC. Campuran nitrogen oksida – asetilen ini digunakan untuk mencegah timbulnya gangguan kimia pada temperatur rendah (Perkin – Elmer Corp, 1996).

1.3. Monokromator. Monokromator digunakan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Selain sistem optik, dalam monokromator juga terdapat chopper untuk memisahkan radiasi resonansi dan kontinyu (Gandjar dan Rohman, 2007).

1.4. Detektor. Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman. Detektor yang umum digunakan adalah tabung penggandaan foton atau photomultiplier tube (Gandjar dan Rohman, 2007).

1.5. Readout. Readout merupakan suatu alat petunjuk atau dapat juga diartikan sebagai sistem pencatatan hasil. Pencatatan hasil dilakukan dengan suatu alat yang telah terkalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorpsi. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva suatu recorder yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Gandjar dan Rohman, 2007).

2. Kelebihan dan Keterbatasan Spektrofotometri Serapan Atom

SSA memiliki kelebihan dan keterbatasan sebagai berikut :

2.1 Kelebihan. SSA lebih peka dari spektroskopi emisi atom, suatu metode analisis yang sangat spesifik yang bermanfaat dalam beberapa aspek pengendalian mutu (Watson, 2010). Selain itu, SSA juga sederhana, akurat, dan mudah digunakan (Sukernder *et al.* 2012).

2.2 Keterbatasan. SSA hanya dapat diterapkan pada unsur-unsur logam, masing-masing unsur memerlukan lampu katode rongga yang berbeda untuk penentuannya.

3. Gangguan pada analisis dengan SSA

3.1. Gangguan Matriks. Sifat-sifat tertentu matriks sampel dapat mengganggu analisis yakni matriks tertentu dapat berpengaruh terhadap laju aliran bahan bakar/gas pengoksidasi. Sifat-sifat tertentu adalah viskositas, tegangan permukaan, berat jenis dan tekanan uap. Gangguan matriks yang lain adalah pengendapan unsur yang dianalisis sehingga jumlah atom yang mencapai nyala menjadi lebih sedikit dari konsentrasi yang seharusnya yang terdapat dalam sampel (Gandjar dan Rohman, 2007).

3.2. Gangguan Kimia. Terbentuknya atom-atom netral yang masih dalam keadaan azas di dalam nyala sering terganggu oleh dua peristiwa kimia yaitu : (a) disosiasi senyawa-senyawa yang tidak sempurna, dan (b) ionisasi atom-atom di dalam nyala. Ionisasi yang tidak sempurna disebabkan oleh terbentuknya senyawa-senyawa yang bersifat refraktorik (sukar diuraikan di dalam nyala api). Ionisasi atom-atom dalam nyala dapat terjadi jika suhu yang digunakan untuk atomisasi terlalu tinggi. Prinsip analisis dengan SSA adalah mengukur absorbansi atom-atom netral berada dalam keadaan azas (Gandjar dan Rohman, 2007).

3.3. Gangguan oleh Penyerapan non-atomik. Gangguan jenis ini berarti terjadinya penyerapan cahaya dari sumber sinar yang bukan berasal dari atom-atom yang akan dianalisis. Penyerapan non-atomik dapat disebabkan adanya penyerapan cahaya oleh partikel-partikel padat yang berada di dalam nyala (Gandjar dan Rohman, 2007).

D. Validasi Metode Uji

Validasi adalah proses dimana prosedur dievaluasi untuk menentukan kemajuan dan keandalan dalam analisis dan untuk menentukan bahwa metode cocok untuk tujuan yang dimaksud. Validasi metode sangat diperlukan karena beberapa alasan yaitu validasi metode merupakan elemen penting dari kontrol kualitas, validasi membantu memberikan jaminan bahwa pengukuran akan dapat diandalkan. Dalam beberapa bidang, validasi metode adalah persyaratan peraturan (Riyanto, 2014)

Organisasi yang mengharuskan validasi metode uji adalah International Standards Organization (ISO) yaitu ISO 17025, AOAC International (*Association of Official Analytical Chemists*), ASTM International (*American Society for Testing and Materials*), ILAC (*International Laboratory Accreditation Cooperation*)

1. Akurasi

Akurasi adalah yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi dapat ditentukan melalui dua acara, yaitu metode simulasi (*Spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*).

Pada metode simulasi, sejumlah analit ditambahkan kedalam placebo (semua campuran reagen yang digunakan minus analit), lalu campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar standar yang ditambahkan (kadar yang sebenarnya) sedangkan dalam metode adisi (penambahan baku),

sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa (pure analit/standar) ditambahkan kedalam sampel, dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan). Pada metode penambahan baku, pengukuran blanko tidak diperlukan lagi. Metode ini tidak dapat digunakan jika penambahan analit dapat mengganggu pengukuran, misalnya analit yang ditambahkan menyebabkan kekurangan pereaksi, mengubah pH atau kapasitas dapar.

Akurasi merupakan derajat ketepatan antara nilai yang diukur dengan nilai sebenarnya yang diterima. Uji akurasi dilihat dari bahan kontrol dan dihitung sebagai persen recovery (%R), sehingga diperoleh metode yang akurat.

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{A-B}{C} \times 100\% \quad \dots(1)$$

Keterangan :

A = Konsentrasi sampel di-spike

B = Konsentrasi sampel tidak di-spike

C = Konsentrasi standar yang diperoleh

2. Presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relative (koefisien variasi). Presisi metode dapat dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan), *intermediate precision* (presisi antara) dan *reproducibility* (ketertiruan).

Repeability adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali analisis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek. Presisi antara adalah pengukuran kinerja metode dimana sampel-sampel diuji dan dibandingkan menggunakan tenaga analisis berbeda. Peralatan berbeda atau hari berbeda, sedangkan *reproducibility* adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium-laboratorium berbeda menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut dan analisis yang berbeda pula. Presisi dari metode uji ditentukan dengan rumus:

$$RSD = \frac{SD}{x} - 100\% \quad \dots(2)$$

$$SD = \frac{\sum x_1 - \bar{x}^2}{n-1} \quad \dots(3)$$

$$\bar{x} = \frac{\sum x_1}{n} \quad \dots(4)$$

keterangan :

SD = Standar deviasi

\bar{x} = Nilai rata-rata

n = Ulangan

RSD = Relatif standar deviation

Kriteria seksama diberikan jika metode memeberikan simpangan baku relative (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang. Kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa jumlah sampel dan kondisi laboratorium (Riyanto, 2014).

3. Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien kolerasi r pada analisis regresi linier $y = a + bx$. Koefisien kolerasi adalah suatu ukuran hubungan linier antara dua set data dan ditandai dengan r hubungan linier yang $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis.

Parameter hubungan kelinieran yang digunakan yaitu koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linier $y = bx + a$ (b adalah slope, a adalah intersep, x adalah konsentrasi analit dan y adalah respon instrumen). Linearitas menunjukkan kemampuan metode analisis untuk menghasilkan respon yang proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran atau rentang yang ada (Riyanto, 2014).

4. LOD dan LOQ

LOD atau *Limit of Detection* adalah parameter untuk penentuan kadar sampel dengan kadar yang terkecil akan tetapi masih memberikan tanggap detector yang berbeda dengan pembanding. LOD dapat dihitung dengan cara sebagai berikut:

$$\text{LOD} = \frac{3 \times SD}{\text{Slope}} \dots(5)$$

Sedangkan LOQ adalah *Limit of Quantitation* kadar terkecil dari suatu sampel yang dapat dianalisis yang dapat dihitung dengan cara sebagai berikut:

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times SD}{\text{Slope}} \dots(6)$$

E. Landasan Teori

Kerang adalah makanan yang cukup populer dimasyarakat Indonesia. Kerang yang biasanya dikonsumsi oleh masyarakat adalah kerang hijau dan kerang darah atau kerang merah, kerang tersebut biasanya dijual oleh penjual masakan lamongan. Kerang hijau memiliki cangkang simetris dan berwarna hijau kecoklatan. Kerang darah bersifat infauna yaitu hidup dengan cara membenamkan diri dibawah permukaan lumpur. Kerang juga memiliki banyak kandungan gizi

seperti Protein, vitamin A, vitamin C, kalsium, zat besi, vitamin B12, vitamin B6, dan karbohidrat. Menurut penelitian Supriatno dan Lelifajri Tahun 2009 ditemukan cemaran logam timbal pada kerang yang berada di aliran sungai Lambaro, Lamnyong, dan Pantee Pirak Banda Aceh dengan kadar rata-rata 0,2126 mg/kg.

Timbal (Pb) adalah merupakan logam berat yang terdapat secara alami di dalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami maupun buatan. Dampak akumulasi timbal (Pb) dalam tubuh manusia yaitu pada anak dapat menyebabkan gangguan pada fase awal pertumbuhan fisik dan mental yang kemudian berakibat pada fungsi kecerdasan dan kemampuan akademik. Keracunan Pb kronik yang artinya keracunan yang terjadi setelah mengkonsumsi Pb dalam jumlah sedikit tetapi terus-menerus, dalam jangka panjang akan menimbulkan keracunan yang ditandai dengan depresi, sakit kepala, sulit berkonsentrasi, daya ingat terganggu, dan sulit tidur.

Metode analisis dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (*Atomic Absorption Spectrophotometry*) merupakan metode yang sangat populer untuk menganalisis logam berat karena di samping relatif sederhana, metode ini sangat selektif dan sangat sensitif.

F. Hipotesis

1. Bahwa kadar kandungan logam timbal dalam kerang hijau dan kerang darah tidak melebihi batas.

2. Bahwa kadar logam Pb dalam kerang hijau dan kerang darah masih di bawah batasan yang ditetapkan oleh Baku Mutu SNI 7387-2009, batas yang ditetapkan oleh Baku Mutu SNI 7387-2009 adalah sebesar 1,5mg/kg.

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Populasi dan Sampel

Populasi pertama yang digunakan dalam penelitian ini adalah kerang hijau dan kerang darah yang diambil dari beberapa pedagang di pasar Nusukan Surakarta yang diambil secara acak.

Sampel yang diambil adalah kerang hijau yang siap dipanen yang berukuran 6cm sampai 8cm dan kerang darah yang sudah berumur dan siap dipanen yang berukuran 4cm yang didapat di pasar Nusukan Kota Surakarta.

B. Variabel Penelitian

1. Identifikasi variabel utama

Variabel utama dalam penelitian ini adalah kadar logam berat Timbal (Pb) dalam kerang hijau dan kerang darah.

2. Klasifikasi variabel utama

Variabel utama dapat diklasifikasikan kedalam berbagai macam variabel yaitu variabel bebas, variabel moderator, variabel terkontrol dan variabel tergantung. Variabel bebas yang dimaksud dalam penelitian ini adalah variabel yang dapat berubah-ubah untuk dipelajari pengaruhnya terhadap variabel. Variabel moderator adalah variabel yang mempengaruhi variabel tergantung tapi tidak untuk diteliti. Variabel terkontrol adalah variabel-variabel yang mempengaruhi variabel tergantung sehingga perlu dinetralisir atau diulang oleh

penelitian lain secara lengkap. Variabel tergantung dalam penelitian ini adalah titik pusat permasalahan yang merupakan pilihan dalam penelitian ini adalah titik pusat permasalahan yang merupakan pilihan dalam penelitian ini.

Variabel bebas dalam penelitian ini adalah kerang hijau dan kerang darah. Variabel tergantung dalam penelitian ini adalah kadar logam berat Timbal (Pb) dalam kerang hijau dan kerang darah. Variabel terkendali dalam penelitian ini adalah pelarut, destruksi dan suhu.

3. Definisi operasional variabel utama

Pertama, kerang hijau dan kerang darah yang diambil dari pedangang yang berada di pasar Nusukan Surakarta pada Bulan Februari 2018. Kedua, kerang hijau kerang yang diambil yang berukuran 6cm sampai 8cm. Ketiga, kerang darah kerang yang diambil yang berukuran 4cm. Keempat, batas ambang cemaran logam berat Timbal (Pb) pada kerang adalah 1,5mg/kg, jika sampel melebihi batas ambang tersebut maka kerang tersebut berbahaya dan tidak layak dikonsumsi.

C. Bahan dan Alat

1. Bahan dan sampel

Bahan yang digunakan adalah HNO₃ 10%, HNO₃ pekat, aquabidest, standart Timbal. Sampel yang digunakan adalah kerang darah dan kerang hijau yang diambil secara acak dari pedangang kerang di pasar Nusukan Surakarta.

2. Alat

Alat yang digunakan adalah pembakar spiritus, labu ukur 250 mL, 50mL dan 5mL, gelas kimia, timbangan, batang pengaduk, pipet tetes, kertas saring, pipet volume, gelas ukur, Spektrofotometri Serapan Atom.

D. Jalannya Penelitian

1. Preparasi sampel

Penelitian ini dilakukan untuk menetapkan kadar pada sampel kerang hijau dan kerang darah secara metode Spektrofotometri Serapan Atom. Sampel dihaluskan terlebih dahulu kemudian menimbang sampel sebanyak 5 gram dan memasukan dalam beker glass 100ml kemudian menambahkan 20 mL HNO₃ pekat ditutup dengan kaca arloji dan memanaskan sampai uap coklat hilang atau sampai pekat. Selanjutnya larutan yang diperoleh dicuci dengan HNO₃ 10% 10mL memanaskan kembali, kemudian mencuci kembali dengan HNO₃ 10% 10mL sampai pekat. Hasil yang didapat, kemudian mendinginkan pada suhu ruangan dan ditambahkan 5mL aquabides selanjutnya aduk pelan-pelan. Sampel yang sudah larut kemudian menyaring dengan kertas *Whatman* No 42 dan menghasilkan larutan jernih. Sampel siap diukur dengan Spektrofotometri Serapan Atom menggunakan nyala udara-asetilen.

2. Pembuatan larutan stok baku timbal (Pb)

Sebanyak 1 mL larutan standar Pb(NO₃)₂ 1000,0 mg/L dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL, dilarutkan dengan aquabides hingga batas labu ukur, sehingga didapatkan larutan Pb(NO₃)₂ 100,0 mg/L.

3. Pembuatan kurva baku timbal (Pb)

Larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 100,0 mg/L dibuat larutan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 dan 2,0 mg/L. Larutan standar dengan berbagai konsentrasi tersebut kemudian diukur serapannya dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 217nm, lalu hasilnya diplot menjadi kurva kalibrasi.

E. Analisis Hasil

1. Preparasi sampel

Dari preparasi sampel yang dilakukan akan menghasilkan larutan jernih.

2. Pembuatan kurva baku timbal (Pb)

Nilai kurva baku didapat dengan membuat persamaan regresi linear antara nilai absorbansi yang didapat dari tiap seri konsentrasi yang dibuat dengan konsentrasi baku, sehingga didapat persamaan $y = a+bx$.

3. Penentuan kadar sampel

Nilai absorbansi yang didapat sampel dimasukkan kedalam persamaan kurva baku. Kemudian dihitung menggunakan persamaan (BPOM RI, 2011) :

$$\text{Kadar Pb mg kg} = \frac{C (\text{mg L})}{B (\text{kg})} \times v \dots(6)$$

Dimana

C = konsentrasi timbal dalam sampel yang dihitung dari kurva standar.

B = bobot sampel dari larutan uji.

V = volume sampel.

Dari data yang diperoleh dianalisis dengan ragam varians INDEPENDENT

SAMPLE T-TEST untuk mengetahui jenis sampel dan konsentrasi terhadap kadar

logam berat timbal (Pb) pada sampel kerang hijau dan kerang darah.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

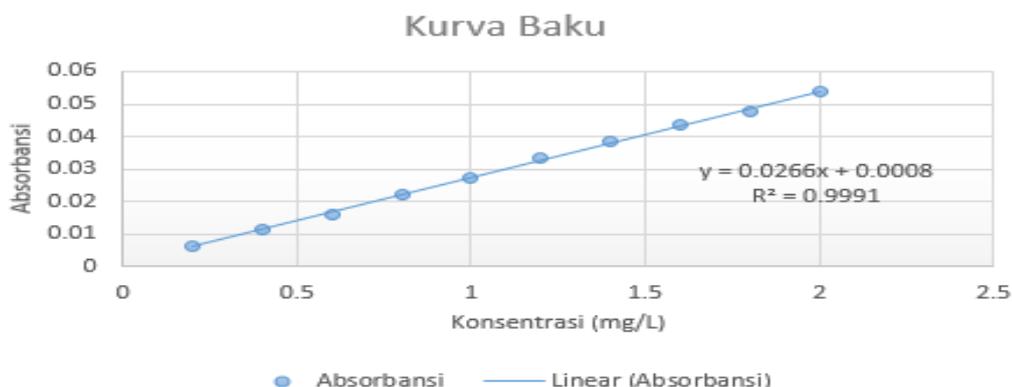
A. Hasil

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis dan menentukan kadar cemaran logam timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah yang dijual di pasar sehingga dapat diketahui kelayakan kerang tersebut untuk dikonsumsi. Kelayakan kerang untuk dikonsumsi mengacu pada batas aman (batas maksimum cemaran) logam berat yang tercantum dalam SNI 7387-2009 yang ditetapkan oleh Badan Standar Nasional (BSN). Dan telah ditetapkan batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) pada kerang atau *moluska* sebesar 1,5mg/kg. Sampel yang digunakan adalah sampel yang diambil secara acak oleh pedagang kerang di pasar Ikan Nusukan Surakarta.

Sebelum dianalisis sampel harus dipisahkan dari cangkangnya dan hanya diambil dagingnya saja, kemudian sampel dihaluskan dengan menggunakan blender. Proses tersebut agar dapat mempermudah jalannya analisis. Kandungan logam Pb yang terdapat pada sampel kerang hijau dan kerang darah, maka perlu dilakukan destruksi sampel terlebih dahulu. Tujuan destruksi agar ikatan unsur logam dengan matriks sampel terpisah dan diperoleh logam dalam bentuk atom bebas, sehingga sampel dapat dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Keuntungan dari destruksi basah adalah menghemat biaya, pengerjaan tidak terlalu memakan banyak waktu. Destruksi sampel ini dengan menggunakan destruksi basah, yaitu dalam suasana asam

membentuk asam nitrat, hal ini dikarenakan dalam keadaan panas asam ini merupakan oksidator kuat yang dapat melarutkan hampir semua logam dan dapat mencegah pengendapan unsur. Pemanasan dilakukan hingga mendidih, proses destruksi akan lebih cepat berlangsung. Unsur – unsur logam dalam sampel dapat dilepas ikatannya dengan cara destruksi menggunakan asam nitrat (Murtini dkk. 2009).

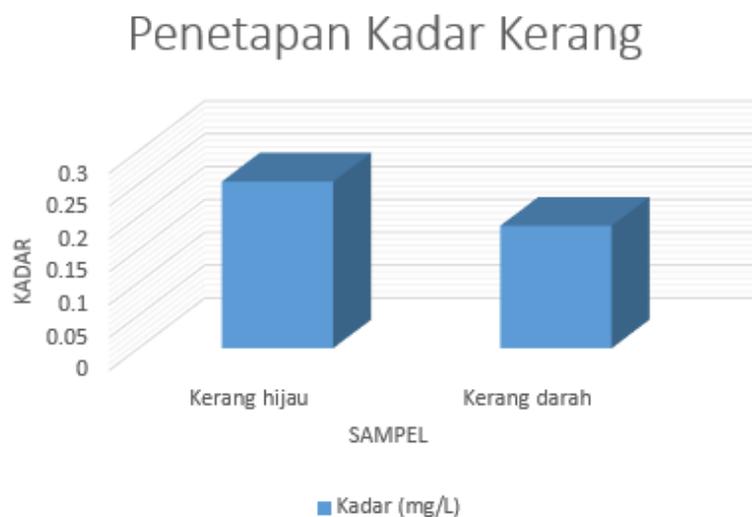
Analisis cemaran logam timbal (Pb) dilakukan dengan menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Pada penentuan kadar timbal (Pb) dalam kerang digunakan larutan baku Timbal 1000,0 mg/L untuk membuat seri standar dengan konsentrasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 dan 2.0 mg/L. Dengan dibuatnya larutan standar dapat diketahui absorbansi yang digunakan untuk membuat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi larutan seri timbal dengan absorbansi. Dari pengukuran larutan seri timbal didapatkan kurva kalibrasi dengan persamaan regresi $y = 0,0266x + 0,0008$ dan harga koefisien kolerasi (R^2) sebesar 0,9991. Nilai R^2 yang hampir mendekati 1 membuktikan bahwa persamaan regresi tersebut linear.



Gambar 2. Kurva Baku Logam Berat Timbal (Pb)

B. Hasil Penentuan Kadar Sampel

Dalam pengukuran kadar logam timbal (Pb) yang ada di dalam kerang hijau dan kerang darah dilakukan dengan menggunakan destruksi basah untuk memperoleh logam timbal (Pb). Hasil dari destruksi dilarutkan dengan HNO_3 2%. Kemudian larutan tersebut dibaca absorbansinya dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Absorbansi yang diperoleh kemudian dihitung sehingga akan memperoleh kadar logam timbal (Pb) dalam sampel. Hasil analisis dapat dilihat dibawah ini :



Gambar 3. Hasil analisis Kandungan Logam Timbal (Pb) pada Kerang

Kedua kerang yang dianalisis yaitu kerang darah dan kerang hijau semuanya mengandung logam timbal yang kadarnya tidak melebihi batas maksimum cemaran logam berat dalam makanan yang ditetapkan oleh Baku Mutu SNI 7387-2009 dimana batas maksimum cemaran logam timbal pada kerang atau moluska adalah 1,5mg/kg, sehingga masih aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat.

Adanya timbal (Pb) dalam kerang merupakan kontaminasi pada biota laut, karena logam Timbal merupakan logam yang berbahaya untuk tubuh. Logam ini terdapat dalam biota laut disebabkan pada lingkungan yaitu pemakaian bensin bertimbal yang masih tinggi di Indonesia untuk mempermudah bensin premium terbakar (Darmono, 1995).

Berdasarkan hasil yang didapatkan sampel kerang hijau mempunyai kandungan timbal (Pb) yang lebih tinggi dibandingkan dengan kandungan timbal (Pb) pada kerang darah. Tingginya kandungan timbal (Pb) disebabkan oleh faktor makanan biota tersebut. Saat preparasi sampel, kerang hijau pada saat dipisahkan dari cangkang dan dicincang di dalam tubuh kerang hijau terdapat sampah-sampah laut yang dimakan, sampah-sampah laut bisa plastik, benang dan rambut. Kerang hijau memiliki ukuran lebih besar dan cangkang dan tipis di bandingkan dengan kerang darah. Kerang darah hidup dengan cara membenamkan diri dibawah permukaan lumpur.

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, kadar timbal (Pb) dalam sampel kerang hijau dan kerang darah yang berada di pasar Ikan Nusukan Surakarta. Data hasil analisis logam timbal (Pb) disajikan pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil analisis logam timbal (Pb) pada sampel

Sampel	Kadar Replikasi (mg/kg)		
	1	2	3
Kerang Hijau	0,2659	0,2451	0,2501
Kerang darah	0,1598	0,1847	0,2157

Dari tabel diatas, kadar logam timbal (Pb) kerang hijau lebih tinggi dibandingkan dengan kadar kerang darah. Berdasarkan data statistik (T-Test) menggunakan Independent-Sampel T-Test dan didapat kadar rata-rata sampel kerang hijau dan kerang darah disajikan pada gambar 1.

		JenisKerang	Kadar
N		6	6
Normal Parameters ^{a,b}	Mean	1.50	.220217
	Std. Deviation	.548	.0413066
Most Extreme Differences	Absolute	.319	.227
	Positive	.319	.138
	Negative	-.319	-.227
Kolmogorov-Smirnov Z		.782	.555
Asymp. Sig. (2-tailed)		.573	.918

Gambar 4. Hasil Output SPSS Uji Kolmogorov Smimov pada Analisis logam timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah

Berdasarkan output SPSS hasil *One-Sample Kolmogorov-Smirnov Test* analisis logam timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah dapat dilihat pada Asymp.Sig.(2-tiled), yaitu pada kadar 0,918 dan pada jenis kerang 0,573. Nilai signifikan yang lebih besar dari 0,05 sehingga data tersebut terdistribusi normal, sehingga dapat dilakukan analisis Independent sample T-Test.

		Levene's Test for Equality of Variances	
		F	Sig.
Kadar	Equal variances assumed	1.539	.283
	Equal variances not assumed		

Gambar 5. Hasil Output Uji Independent Sampel T-test Pada Analisis Logam Timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah

Pada hasil output tampak nilai F untuk kadar *Equal variances assumed* (diasumsi kedua varians sama) = 1,539 dengan probabilitas 0,283. Karena probabilitas diatas 0,05 maka H_0 diterima.

Test of Homogeneity of Variances

Kadar

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
1.539	1	4	.283

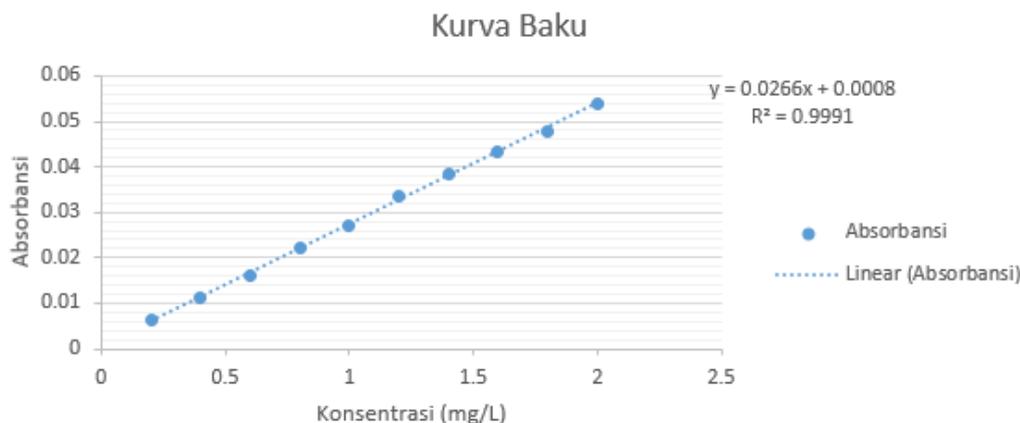
Gambar 6. Hasil Output SPSS Uji Test of Homogeneity of Variances pada analisis logam timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah

Berdasarkan *Test of Homogeneity of Variances* sig menunjukkan 0,283 lebih dari 0,05 sehingga data tersebut dikatakan homogen.

C. Validasi Metode

Untuk mengetahui sejauh mana tingkat validasi suatu metode adalah dengan melakukan beberapa pengujian parameter validasi metode yang meliputi akurasi, presisi, linearitas dan selektivitas. Validasi terhadap suatu metode analisis menjadi faktor penting karena hanya metode analisis yang telah dibuktikan validitasnya maka hasil pengukurannya bisa dipertanggung jawabkan dan dipergunakan sebagai landasan dalam perhitungan berikutnya (Sugihartini dkk. 2014).

1. Linearitas



Gambar 7. Linearitas Baku Logam Berat Timbal (Pb)

Pada penelitian ini, linearitas dikerjakan bersamaan pada pembuatan kurva baku, yaitu dengan mengukur nilai absorbansi dari larutan kurva baku 0,2; 0,4; 0,6; 0,8, 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8 dan 2,0 mg/L.

Berdasarkan Gambar 7. Menunjukkan kurva baku logam berat timbal (Pb) yang sudah dibuat grafik, dimana sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi. Nilai a atau intersept yaitu 0,0008. Nilai b adalah 0,0266. Nilai R yang didapatkan adalah 0,9995 dan nilai R^2 adalah 0,9991. Sehingga dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan mempunyai kolerasi yang baik dengan konsentrasi yang didapatkan.

2. Akurasi

Akurasi dinyatakan dengan nilai persen recovery. Nilai recovery didapat dengan membuat larutan standar dengan tiga konsentrasi berbeda yaitu 0,8; 1,0 dan 1,2 mg/L. Metode memiliki akurasi yang baik adalah metode yang memiliki nilai recovery diantara 80% - 120%.

Tabel 2. Data Hasil Perhitungan Recovery

Konsentrasi (mg/L)	Kadar Terhitung (mg/L)	Recovery (%)	Rata-rata
0,8 1	0,8504	106,3041	
0,8.2	0,8392	104,8946	
0,8.3	0,8166	102,0757	
1,0.1	1,0647	106,4670	
1,0.2	1,0985	109,8497	106,5811
1,0.3	1,0271	102,7084	
1,2.1	1,3278	110,6473	
1,2.2	1,2714	105,9491	
1,2.3	1,3240	110,3341	

Tabel 2 diatas menunjukkan data hasil perhitungan recovery (%). Recovery menunjukkan hasil perhitungan berkisar 102% – 110%. Dilihat dari data diatas menunjukkan bahwa nilai recovery memenuhi persyaratan yaitu 80% -120%.

3. Presisi

Presisi dihitung dengan menggunakan koefisien varian. Koefisien varian dihitung dengan cara membagi nilai simpangan baku dengan nilai rata-rata konsentrasi. Suatu metode dikatakan baik apabila koefisien variannya kurang dari 2%. Berdasarkan tabel 3 yang memuat perhitungan presisi, koefisien varian yang didapatkan adalah 0,0175. Sehingga dapat dinyatakan bahwa metode yang digunakan memiliki presisi yang baik dikarenakan nilai koefisien varian kurang dari 2%.

Tabel 3. Data Perhitungan Presisi

Replikasi	Abs	Konsentrasi (mg/L)	Xrata-rata	X-Xr ²	SD	CV
1	0,0317	1,1624		0,000226		
2	0,0307	1,1248		0,000509		
3	0,0314	1,1511		0,000014		
4	0,0312	1,1436		0,000014		
5	0,0314	1,1511		0,000014		
6	0,0321	1,1774	1,1474	0,000904	0,0175	1,5209
7	0,0309	1,1200		0,000226		
8	0,0310	1,1361		0,000127		
9	0,0318	1,1662		0,000353		
10	0,0308	1,1286		0,000353		

4. LOD dan LOQ

Batas deteksi dan batas kuantitas adalah parameter validasi yang digunakan untuk mengetahui konsentrasi terkecil dari suatu analit yang dapat terdeteksi dan dianalisa. Pada penelitian ini, LOD dan LOQ logam berat timbal (Pb) yang sudah dihitung adalah 0,0634 mg/L dan 0,1538 mg/L.

Tabel 4. Data LOD dan LOQ

X	Y	y1	y-y1	SD	LOD	LOQ
0,2	0,0064	0,0061	$9,3302 \times 10^{-8}$			
0,4	0,0112	0,0114	$4,6551 \times 10^{-8}$			
0,6	0,0162	0,0167	$2,8834 \times 10^{-7}$			
0,8	0,022	0,0221	$3,3851 \times 10^{-9}$			
1,0	0,0271	0,0274	$7,8061 \times 10^{-8}$	0,00051136	0,0634	0,1538
1,2	0,0335	0,0327	$6,3903 \times 10^{-7}$			
1,4	0,0386	0,0380	$3,3429 \times 10^{-7}$			
1,6	0,0435	0,0433	$2,4639 \times 10^{-8}$			
1,8	0,0479	0,0487	$5,8407 \times 10^{-7}$			
2,0	0,054	0,0540	$2,1157 \times 10^{-10}$			

BAB V

PENUTUP

A. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan :

1. Kadar kandungan logam Timbal (Pb) pada kerang hijau sebesar 0,2537 mg/kg dan kadar kerang darah sebesar 0,1867 mg/kg.
2. Kadar logam timbal (Pb) pada kerang hijau dan kerang darah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh Baku Mutu SNI 7387-2009 sebesar 1,5mg/kg.

B. Saran

1. Perlu dilakukan penelitian mengenai cemaran-cemaran yang lain dan kandungan logam berat lainnya yang dapat memiliki pengaruh terhadap kesehatan.
2. Bagi petambak kerang sebaiknya lebih memperhatikan lokasi pertambakan, serta selalu menjaga air agar tidak terkontaminasi sampah-sampah.

DAFTAR PUSTAKA

- Al Anshori, J. 2005. Materi Ajar: *Spektrofotometri Serapan Atom*. Jurusan Kimia FMIPA: Universitas Padjajaran.
- Apriliana Puput. 2017. *Analisis Logam Berat Timbal (Pb) Pada Jajanan Pinggir Jalan Dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)*. Karya Tulis Ilmiah Fakultas Teknik Universitas Setia Budi Surakarta.
- Darmono. 2001. *Lingkungan Hidup dan Pencemaran*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Darmono, 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Cetakan I. Jakarta Universitas Indonesia.
- Fardiaz, Srikadi. 1992. *Populasi Air dan Udara*. Jakarta: Kanisius.
- Ganjar dan Rohman, 2007. *Kimia farmasi analisis*. Yogyakarta.
- Hutagalung, et al., 1997. *Metode Analisa Air Laut, Sedimen, dan Biota, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia*. Jakarta.
- Kastawi, Yusuf. 2008. *Zoologi Avertebrata*. Jica: Malang.
- Latifah, A. 2011. *Karakteristik Morfologi Kerang Darah*. Departemen Teknologi Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, Institut Pertanian Bogor.
- Lelifajri, Supriatno. *Analisis Logam Berat Pb dan Cd dalam Sampel Ikan dan Kerang Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Jurnal Rekayasa Kimia Lingkungan Vol 7, No. 1 hal 5-8 2009.
- Muhamad Yusron. 2011. *Analisis Logam Berat Pb Pada Kerang Darah (Anadara granosa) Di daerah Probolinggo Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)*. Karya Tulis Ilmiah Akademi Analis Farmasi Dan Makanan Putera Indonesia Malang.
- Mulja Muhammad, Suharman, 1995. *Analisis Instrumental*.
- Palar, 1994. *Pencemaran dan Toksik Logam Berat*, Jakarta: Rineka Cipta.
- Pinta Erdayanti, T Abu Hanifah, Sofia Anita. *Analisis Kandungan Logam Timbal Pada Sayur Kangkung dan Bayam Di Jalan Katama Pekanbaru Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Jurnal JOM FMIPA volume 2 No. 1 Februari 2015.

- Pradita Dewi Larasati. 2016. *Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dan Tembaga (Cu) Pada Kopi Bubuk Lampung Dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)*. Karya Tulis Ilmiah Fakultas Teknik Universitas Setia Budi Surakarta.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi*. Deepublish: Yogyakarta.
- Sudarmaji, J. Mukono, Corie. *Toksikologi Logam Berat B3 dan Dampaknya Terhadap Kesehatan*. Jurnal Kesehatan lingkungan, Vol 2, No 2 Januari 2006.
- Sugihartini, N., Fudholi, A., Pramono, S dan Sismindari, 2014. *Validasi Metode Analisa Penetapan Kadar Epigalokatekin Galat dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*. Jurnal Farmasi, 4(2) : 111-115.
- SNI. 2009. SNI NOMOR 7387-2009 *Tentang Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Bahan Pangan*. Badan Standarisasi Nasional. ICS.68.220.20. Jakarta.
- Yuliarti, N. 2007. *Awas ! Bahaya Dibalik Lezatnya makanan*. Andi: Yogyakarta.
- Winarna, Rismawaty Sikanna, Musafira. *Analisis Kandungan Timbal Pada Buah Apel Yang Dipanjangkan Dipinggir Jalankota Palu Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*. Online Jurnal of Natural Science Vol 4(1):32-45 Maret 2015.

LAMPIRAN

LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan Pembuatan Larutan.

1. Pembuatan Larutan HNO₃ 2% sebanyak 250 mL

$$(V \times C) \text{ HNO}_3 \text{ pekat} = (V \times C) \text{ HNO}_3 \text{ 2\%}$$

$$\text{Volume} \times 100 = 250 \times 2$$

$$\text{Volume} = 5 \text{ mL}$$

Jadi, memipet sebanyak 5 mL HNO₃ pekat ke dalam labu takar 250 mL kemudian ditambahkan aquabidest hingga tanda batas.

Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan Standar

1. Pembuatan Stok Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 100 mg/L sebanyak 10 mL

$$(V \times C) \text{ Pb } 1000 = (V \times C) \text{ Pb } 100$$

$$\text{Volume} \times 1000 = 10 \times 100$$

$$\text{Volume} = 1 \text{ mL}$$

Jadi, memipet sebanyak 1 mL larutan standar Pb 1000 mg/L ke dalam labu takar 10 mL kemudian ditambahkan larutan HNO₃ 2% hingga tanda batas.

2. Pembuatan Seri Konsentrasi Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb)

1. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 0,2 mg/L

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,2$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 0,2$$

$$\text{Volume} = 0,02 \text{ mL}$$

2. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 0,4 mg/L

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,4$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 0,4$$

$$\text{Volume} = 0,04 \text{ mL}$$

3. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 0,6 mg/L

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,6$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 0,6$$

$$\text{Volume} = 0,06 \text{ mL}$$

4. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 0,8 mg/L

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,8$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 0,8$$

$$\text{Volume} = 0,08\text{mL}$$

5. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 1,0 mg/L

$$(\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 100 = (\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 1,0$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 1,0$$

$$\text{Volume} = 0,1\text{mL}$$

6. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 1,2 mg/L

$$(\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 100 = (\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 1,2$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 1,2$$

$$\text{Volume} = 0,12\text{mL}$$

7. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 1,4 mg/L

$$(\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 100 = (\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 1,4$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 1,4$$

$$\text{Volume} = 0,14\text{mL}$$

8. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 1,6 mg/L

$$(\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 100 = (\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 1,6$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 1,6$$

$$\text{Volume} = 0,16\text{mL}$$

9. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 1,8 mg/L

$$(\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 100 = (\text{V} \times \text{C}) \text{ Pb } 1,8$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 1,8$$

$$\text{Volume} = 0,18\text{mL}$$

10. Pembuatan Larutan Standar Logam Berat Timbal (Pb) 2,0 mg/L

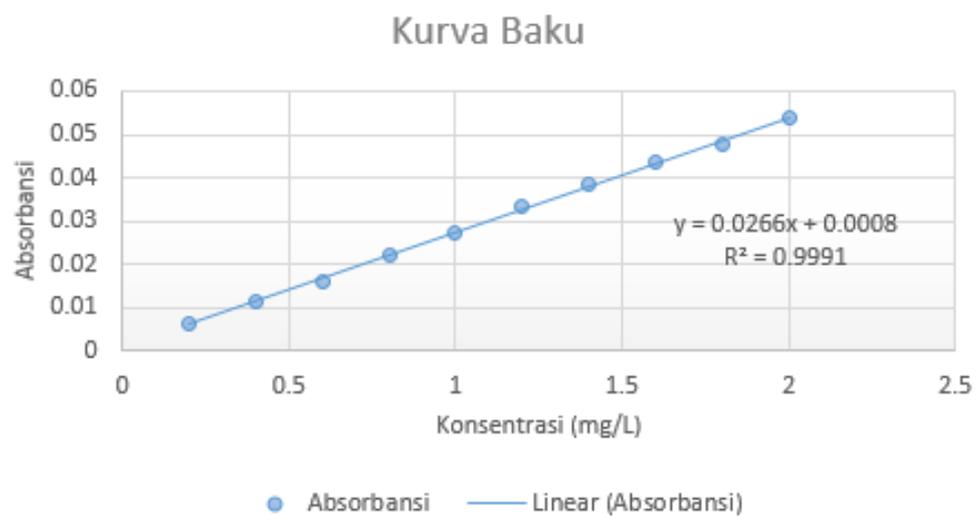
$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 2,0$$

$$\text{Volume} \times 100 = 10 \times 2,0$$

$$\text{Volume} = 0,2\text{mL}$$

Lampiran 3. Kurva Baku Logam Berat Timbal (Pb)

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi	A = 0,0007 B = 0,0266 R = 0,9995
0,2	0.0064	
0,4	0.0112	
0,6	0.0162	
0,8	0.022	
1,0	0.0271	
1,2	0.0335	
1,4	0.0386	
1,6	0.0435	
1,8	0.0479	
2,0	0.054	



Lampiran 4. Hasil Penimbangan Sampel

Sampel	Penimbangan Ke-	Berat Sampel (gram)
Kerang Hijau	1	5,0069
	2	4,9190
	3	5,0770
Kerang Darah	1	5,0360
	2	5,0590
	3	5,0750

Lampiran 5. Perhitungan Kadar Logam Berat Timbal (Pb)

1. Perhitungan Kadar Pada Kerang Hijau

a. Replikasi I

$$y = 0,0266x + 0,0008$$

$$0,0148 = 0,0266x + 0,0008$$

$$x = \frac{0,0148 - 0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,2663 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{C \text{ (mg/L)}}{B \text{ (Kg)}} \times v \text{ (L)}$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{0,2663}{0,0050069} \times 0,005$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = 0,2659 \text{ mg/kg}$$

b. Replikasi II

$$y = 0,0266x + 0,0008$$

$$0,0134 = 0,0266x + 0,0008$$

$$x = \frac{0,0134 - 0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,2412 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{C \text{ (mg/L)}}{B \text{ (Kg)}} \times v \text{ (L)}$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{0,2412}{0,0049190} \times 0,005$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = 0,2451 \text{ mg/kg}$$

c. Replikasi III

$$y = 0,0266x + 0,0008$$

$$0,0145 = 0,0266x + 0,0008$$

$$x = \frac{0,0145 - 0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,2540 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = \frac{C (\text{mg L})}{B (\text{Kg})} \times v (\text{L})$$

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = \frac{0,2540}{0,0050770} \times 0,005$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = 0,2501 \text{ mg/kg}$$

d. Rata – Rata Kadar Timbal (Pb)

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = \frac{I + II + III}{3}$$

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = \frac{0,2659 + 0,2451 + 0,2501}{3}$$

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = 0,2537 \text{ mg/kg}$$

2. Perhitungan Konsentrasi Pada Sampel Kerang Darah

a. Replikasi I

$$y = 0,0266x + 0,0008$$

$$0,0094 = 0,0266x + 0,0008$$

$$x = \frac{0,0094 - 0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,1610 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = \frac{C (\text{mg L})}{B (\text{Kg})} \times V (\text{L})$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{0,1610}{0,0050360} \times 0,005$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = 0,1598 \text{ mg/kg}$$

b. Replikasi II

$$y = 0,0266x + 0,0008$$

$$0,0109 = 0,0266x + 0,0008$$

$$x = \frac{0,0109 - 0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,1881 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{C (\text{mg/L})}{B (\text{Kg})} \times V (\text{L})$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{0,1881}{0,0050590} \times 0,005$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = 0,1847 \text{ mg/kg}$$

c. Replikasi III

$$y = 0,0266x + 0,0008$$

$$0,0126 = 0,0266x + 0,0008$$

$$x = \frac{0,0126 - 0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,2190 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{C (\text{mg/L})}{B (\text{Kg})} \times V (\text{L})$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = \frac{0,0002190}{0,0050750} \times 0,005$$

$$\text{Kadar Pb (mg/kg)} = 0,2157 \text{ mg/kg}$$

d. Rata – Rata Kadar Timbal (Pb)

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = \frac{\text{I} + \text{II} + \text{III}}{3}$$

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = \frac{0,1598 + 0,1847 + 0,2157}{3}$$

$$\text{Kadar Pb (mg kg)} = 0,1867 \text{ mg/kg}$$

Sampel	Percobaan	Berat Sampel	Kadar	Rata-rata
Kerang hijau	Replikasi I	5,0069	0,2659	0,2537
	Replikasi II	4,9190	0,2451	
	Replikasi III	5,0770	0,2501	
Kerang darah	Replikasi I	5,0360	0,1598	0,1867
	Replikasi II	5,0590	0,1847	
	Replikasi III	5,075	0,2157	

Lampiran 6. Data dan Perhitungan Presisi

Sampel	Absorbansi
1	0,0317
2	0,0307
3	0,0314
4	0,0312
5	0,0314
6	0,0321
7	0,0309
8	0,0310
9	0,0318
10	0,0308

$$\text{Larutan 1} \quad x = \frac{0,0317-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1624$$

$$\text{Larutan 2} \quad x = \frac{0,0307-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1248$$

$$\text{Larutan 3} \quad x = \frac{0,0314-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1511$$

$$\text{Larutan 4 } x = \frac{0,0312-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1436$$

$$\text{Larutan 5 } x = \frac{0,0314-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1511$$

$$\text{Larutan 6 } x = \frac{0,0321-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1774$$

$$\text{Larutan 7 } x = \frac{0,0309-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1323$$

$$\text{Larutan 8 } x = \frac{0,0310-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1361$$

$$\text{Larutan 9 } x = \frac{0,0318-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1662$$

$$\text{Larutan 10 } x = \frac{0,0308-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,1286$$

Lampiran 7. Data dan Perhitungan Akurasi

Sampel	Absorbansi
0,8 a	0,0234
0,8 b	0,0231
0,8 c	0,0225
1,0 a	0,0291
1,0 b	0,0300
1,0 c	0,0281
1,2 a	0,0361
1,2 b	0,0346
1,2 c	0,0360

$$\text{Larutan 0,8a} \quad x = \frac{0,0234-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,8504$$

$$\text{Larutan 0,8b} \quad x = \frac{0,0231-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,8392$$

$$\text{Larutan 0,8c} \quad x = \frac{0,0225-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 0,8166$$

$$\text{Larutan 1,0a} \quad x = \frac{0,0291-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,0647$$

$$\text{Larutan 1,0b} \quad x = \frac{0,0300-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,0985$$

$$\text{Larutan 1,0c} \quad x = \frac{0,0281-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,0271$$

$$\text{Larutan 1,2a} \quad x = \frac{0,0361-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,3278$$

$$\text{Larutan 1,2b} \quad x = \frac{0,0346-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,2714$$

$$\text{Larutan 1,2c} \quad x = \frac{0,0360-0,0008}{0,0266}$$

$$x = 1,3240$$

Perhitungan Akurasi

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{Kadar Terhitung}}{\text{Kadar Diketahui}} \times 100\%$$

$$\text{Sampel 0,8a} = \frac{0,8504}{0,8} \times 100\%$$

$$= 106,3041\%$$

$$\text{Sampel 0,8b} = \frac{0,8382}{0,8} \times 100\%$$

$$= 104,8946\%$$

$$\text{Sampel 0,8c} = \frac{0,8166}{0,8} \times 100\%$$

$$= 102,0757\%$$

$$\text{Sampel 1,0a} = \frac{1,0647}{1,0} \times 100\%$$

$$= 106,5670\%$$

$$\text{Sampel 1,0b} = \frac{1,0985}{1,0} \times 100\%$$

$$= 109,8497\%$$

$$\text{Sampel 1,0c} = \frac{1,0271}{1,0} \times 100\%$$

$$= 102,7084\%$$

$$\text{Sampel 1,2a} = \frac{1,3278}{1,2} \times 100\%$$

$$= 110,6473\%$$

$$\text{Sampel 1,2b} = \frac{1,2714}{1,2} \times 100\%$$

$$= 105,9491\%$$

$$\text{Sampel 1,2c} = \frac{1,3240}{1,2} \times 100\%$$

$$= 110,3341\%$$

Lampiran 8. Data dan Perhitungan LOD dan LOQ

X (mg/L)	Y	Y1 (A + (B x X))	Y-Y1 ²	SD
0,2	0,0064	0,0061	$9,3302 \times 10^{-8}$	0,00051136
0,4	0,0112	0,0114	$4,6551 \times 10^{-8}$	
0,6	0,0162	0,0167	$2,8834 \times 10^{-7}$	
0,8	,.022	0,0221	$3,3851 \times 10^{-9}$	
1,0	0,0271	0,0274	$7,8061 \times 10^{-8}$	
1,2	0,0335	0,0327	$6,3903 \times 10^{-7}$	
1,4	0,0386	0,0380	$3,3429 \times 10^{-7}$	
1,6	0,0435	0,0433	$2,4639 \times 10^{-8}$	
1,8	0,0479	0,0487	$5,8407 \times 10^{-7}$	
2,0	0,0540	0,0540	$2,1157 \times 10^{-10}$	
JML			$2,0919 \times 10^{-6}$	

$$\text{LOD} = \frac{SD \times 3,3}{\text{Slope}}$$

$$\text{LOD} = \frac{0,0005 \times 3,3}{0,0266}$$

$$\text{LOD} = 0,0582$$

$$\text{LOQ} = \frac{SD \times 10}{\text{Slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{0,0005 \times 10}{0,0266}$$

$$\text{LOQ} = 0,17$$

Lampiran 9. Independent Sampel T-Test

1. One-Sample Kolmogorov-Smirnov Test

One-Sample Kolmogorov-Smirnov Test

		JenisKErang	Kadar
N		6	6
Normal Parameters ^{a,b}	Mean	1.50	.220217
	Std. Deviation	.548	.0413066
Most Extreme Differences	Absolute	.319	.227
	Positive	.319	.138
	Negative	-.319	-.227
Kolmogorov-Smirnov Z		.782	.555
Asymp. Sig. (2-tailed)		.573	.918

a. Test distribution is Normal.

b. Calculated from data.

2. Test of Homogeneity of Variances

Test of Homogeneity of Variances

Kadar

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
1.539	1	4	.283

3. Independent Sampel T-test

Independent Samples Test

		Levene's Test for Equality of Variances		Test for Equality of Means						
		F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference	Std. Error Difference	95% Confidence Interval of the Difference	
									Lower	Upper
Kadar	Equal variances assumed	1.539	.283	3.862	4	.018	.0689667	.0173415	.0188189	.1151144
	Equal variances not assumed			3.862	2.588	.040	.0689667	.0173415	.0084578	.1274755

Lampiran 10. Sampel Kerang Hijau dan Kerang Darah

	<p>SAMPEL KERANG HIJAU</p>
	<p>SAMPEL KERANG DARAH</p>

Lampiran 11. Uji Kuantitatif



Alat Spektrofometri Serapan Atom



Proses Destruksi basah



Proses Penyaringan



Sampel yang sudah di saring



Lampiran 12. SNI 7387-2009 Batas Maksimum Cemaran Timbal (Pb) Dalam Kerang

Tabel 5 - Batas maksimum cemaran timbal (Pb) dalam pangan

No. Kategori pangan	Kategori pangan	Batas maksimum
09.0	Ikan dan produk perikanan termasuk moluska, krustase dan ekinodermata serta amfibi dan reptil	
	Ikan dan hasil olahannya	0,3 mg/kg
	Ikan predator misalnya cucut, tuna, marlin dan lain-lain	0,4 mg/kg
	Kekerangan (bivalve) Moluska dan teripang	1,5 mg/kg
	Udang dan krustasea lainnya	0,5 mg/kg
	Terasi	1,0 mg/kg