

VALIDASI METODE UJI PADA PENENTUAN KADAR LOGAM Cu (TEMBAGA)
DALAM ROKOK KRETEK MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM

KARYA TULIS ILMIAH
Untuk memenuhi sebagian persyaratan sebagai
Ahli Madya Analis Kimia



Oleh:

Tri Novita Sari

28151148F

D3 ANALIS KIMIA
FAKULTAS TEKNIK
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA

2018

LEMBAR PERSETUJUAN

Karya Tulis Ilmiah:

VALIDASI METODE UJI PADA PENENTUAN KADAR LOGAM Cu (TEMBAGA)
DALAM ROKOK KRETEK MENGGUNAKAN METODE SPEKTRIFOTOMETRI
SERAPAN ATOM

Oleh:

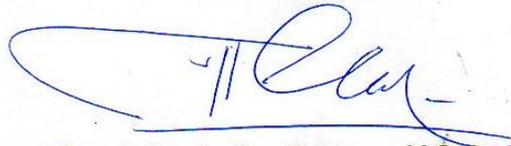
Tri Novita Sari

28151148F

Telah Disetujui Pembimbing

Pada tanggal 16 Juli 2018

Pembimbing



(Wisnu Arfian Anditya Sudjarwo, M.Sc.)

LEMBAR PENGESAHAN

Karya Tulis Ilmiah:

VALIDASI METODE UJI PADA PENENTUAN KADAR LOGAM Cu (TEMBAGA)
DALAM ROKOK KRETEK MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI
SERAPAN ATOM

Oleh:

Tri Novita Sari

28151148F

Telah disetujui dan disahkan oleh Tim Penguji

Nama

Tanda Tangan

Penguji I : Wisnu Arfian Anditya Sudjarwo, M.Sc.

Penguji II : Drs. Suseno, M.Si.

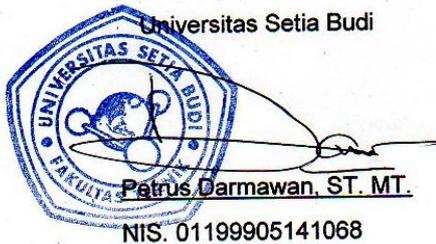
Penguji III : Ig. Yari Mukti Wibowo, S.Si., M.Sc.



Mengetahui,

Dekan Fakultas Teknik
Universitas Setia Budi

Ketua Program Studi
D-III Analis Kimia



Petrus Darmawan, ST. MT.
NIS. 01199905141068



Ir. Argoto Mahayana, ST. MT.
NIS. 01199906201069

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa tugas akhir ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar Ahli Madya di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila tugas akhir ini merupakan jiplakan dari peneliti/karya ilmiah/skripsi orang lain, maka saya siap menerima sanksi, baik secara akademis maupun hukum.

Surakarta, 6 Juli 2018



Tri Novita Sari

KATA PENGANTAR

Puji dan syukur penulis panjatkan kehadirat Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan kasih dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah sebagai salah satu syarat untuk mendapatkan gelar Ahli Madya di bidang Analis Kimia dengan judul "*Validasi Metode Uji Pada Penentuan Kadar Logam Cu (Tembaga) Dalam Rokok Kretek Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*".

Penulis sadar bahwa dalam pembuatan Karya Tulis Ilmiah ini mendapatkan dukungan, bimbingan, dan bantuan baik material maupun spiritual dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Ir. Djoni Tarigan, M.BA, selaku Rektor Universitas Setia Budi
2. Petrus Darmawan, S.T., M.T., selaku Dekan Fakultas Teknik Universitas Setia Budi.
3. Argoto Mahayana, S.T., M.T., selaku Ketua Program Studi D-III Analis Kimia Universitas Setia Budi.
4. Wisnu Arfian A.S., S.Si., M.Sc, selaku Pembimbing selama pelaksanaan penelitian dan pembuatan Karya Tulis Ilmiah ini.
5. Drs. Suseno, M.Si., selaku Penguji I pada ujian Karya Tulis Ilmiah ini.
6. Ig. Yari Murti Wibowo, S.Si, M.Sc., selaku Penguji II pada ujian Karya Tulis Ilmiah ini.
7. Dosen Fakultas Teknik yang telah memberikan ilmu pengetahuan sehingga penulisan ini dapat terselesaikan.

8. Staff Balai Mutu Hasil Pertanian dan Perkebunan yang telah membantu dan membimbing penulis dalam melaksanakan praktek Karya Tulis Ilmiah dengan baik.
9. Keluarga yang telah memberikan dukungan, doa dan semangat selama ini.
10. Teman-teman Fakultas Teknik Universitas Setia Budi Surakarta yang telah membantu dalam kegiatan dan pengerjaan Karya Tulis Ilmiah ini.
11. Dan semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan Karya Tulis Ilmiah ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan Karya Tulis Ilmiah ini masih terdapat kekurangan, sehingga penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun dari pembaca.

Penulis berharap, semoga laporan ini bermanfaat bagi pembaca dan pihak-pihak yang berkepentingan.

Surakarta, Juli 2018

Tri Novita Sari

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN.....	ii
LEMBAR PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR RUMUS.....	x
DAFTAR LAMPIRAN.....	xi
INTISARI.....	xii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Manfaat.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Rokok Kretek.....	5
2.2 Cu (tembaga).....	7
2.3 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).....	8
2.4 Validasi Metode Uji.....	11
BAB III METODE PENELITIAN.....	17
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian.....	17
3.2 Bahan Penelitian.....	17
3.3 Alat Penelitian.....	17
3.4 Teknik Sampling.....	17
3.5 Cara Penelitian.....	17
3.6 Analisis Data.....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	21
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	32
DAFTAR PUSTAKA.....	P-1
LAMPIRAN.....	L-1

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Nilai persen recovery berdasarkan nilai konsentrasi.....	13
Tabel 2.2 <i>T-value</i>	16
Tabel 4.1 Data absorbansi dan konsentrasi larutan standar.....	23
Tabel 4.2 Kadar logam Cu.....	23
Tabel 4.3 Data uji akurasi.....	25
Tabel 4.4 Hasil uji presisi.....	25
Tabel 4.5 Hasil pengujian selektivitas.....	27
Tabel 4.6 Hasil uji homogenitas.....	28
Tabel 4.7 Hasil uji normalitas.....	28
Tabel 4.8 Hasil uji post hoc.....	29
Tabel 4.9 Hasil uji ANOVA.....	29
Tabel 4.10 Hasil perhitungan limit deteksi dan limit kuantitasi.....	30
Tabel 4.11 Hasil uji limit deteksi.....	30
Tabel 4.12 Hasil uji limit deteksi.....	31

DAFTAR GAMBAR

Gambar 4.1 Kurva kalibrasi standar Cu.....	23
Gambar 4.2 Kurva standar Cu.....	26

DAFTAR RUMUS

Rumus (2.1) % Recovery.....	12
Rumus (2.2) Relative Standart Deviation.....	13
Rumus (2.3) Standar Deviasi.....	13
Rumus (2.4) Rerata.....	13

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Pembuatan Larutan.....	L-1
Lampiran 2. Perhitungan kadar logam Cu (tembaga) dalam sampel.....	L-2
Lampiran 3. Validasi metode uji.....	L-7
Lampiran 4. Gambar penentuan kadar logam Cu dalam sampel rokok kretek..	L-14
Lampiran 5. Gambar pengujian validasi metode.....	L-16

INTISARI

Sari, T. N. 2018. *Validasi Metode Uji Pada Penentuan Kadar Logam Cu (Tembaga) Dalam Rokok Kretek Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*. "Karya Tulis Ilmiah", Program Studi D-III Analis Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Setia Budi Surakarta.

Pembimbing: Wisnu Arfian A. S, S.Si., M.Sc.

Rokok kretek merupakan salah satu jenis rokok yang terdiri campuran tembakau dan cengkeh, sehingga rokok jenis ini menghasilkan rasa, bau dan bunyi mengkretek yang khas ketika dibakar. Rokok kretek ini mengandung berbagai senyawa kimia, salah satunya adalah logam Cu (tembaga). Dalam melakukan analisis kadar logam Cu (tembaga) dalam rokok kretek dapat digunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Untuk mendapatkan hasil analisis yang dapat dipercaya dan tidak bias, maka perlu dilakukan validasi metode uji berdasarkan parameter akurasi, presisi, linieritas, selektivitas, Limit deteksi (LoD) dan limit kuantitasi (LoQ).

Penentuan kadar logam Cu (tembaga) dalam 7 merk rokok kretek dilakukan dengan merendam sampel rokok kretek dalam larutan HNO_3 10% selama 2 jam yang mana filtrat yang dihasilkan dianalisis menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom pada panjang gelombang 324,8 nm. Kemudian dilakukan validasi metode uji pada parameter yang telah ditentukan.

Berdasarkan hasil penelitian, diketahui bahwa kadar logam Cu (tembaga) dalam 7 merk rokok kretek adalah sampel A 0,0187 mg/batang; sampel B 0,01858 mg/batang; sampel C 0,01524 mg/batang; sampel D 0,01835 mg/batang; sampel E 0,01858 mg/batang; sampel F 0,01174 mg/batang; sampel G 0,01489 mg/batang dengan nilai akurasi 93,90 – 104,33%; presisi 0,686%; linieritas 0,9996; selektivitas yang dapat diterima; limit deteksi 0,0061 mg/L dan limit kuantitasi 0,0274 mg/L.

Kata kunci: Logam Cu (tembaga), Rokok Kretek, Spektrofotometri Serapan Atom, Validasi Metode Uji

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Rokok merupakan salah satu produk yang diminati oleh masyarakat dunia termasuk di Indonesia. Berdasarkan data dari *The ASEAN Tobacco Control Report* Tahun 2015, jumlah perokok di ASEAN mencapai 121.000 juta orang dan Indonesia menyumbang perokok terbesar, yakni 43.681 juta orang atau sekitar 36,1 %. Sebanyak 67,4 % dari jumlah perokok Indonesia adalah laki-laki usia di atas 15 tahun dan 4,5 % nya adalah perokok wanita usia di atas 15 tahun dan sisanya adalah anak-anak usia 13-15 tahun. Akibat buruk kebiasaan merokok bagi kesehatan telah banyak dibahas. Hasil penelitian di Inggris menunjukkan bahwa kurang lebih 50% para perokok yang merokok sejak remaja akan meninggal akibat penyakit-penyakit yang berhubungan dengan kebiasaan merokok. Kebiasaan merokok telah terbukti berhubungan dengan kurang lebih 25 jenis penyakit dari berbagai organ tubuh manusia. Penyakit tersebut, antara lain: kanker mulut, esophagus, faring, laring, paru, pankreas, kandung kemih, dan penyakit pembuluh darah. Hal itu dipengaruhi pula oleh kebiasaan meminum alkohol serta faktor lain (Aditama, 1995).

Merokok merupakan penyebab 87% kematian akibat kanker paru. Pada wanita, kanker paru melampaui kanker payudara yang merupakan penyebab utama kematian akibat kanker. Hal ini disebabkan karena dalam tiga dekade terakhir ini, jumlah wanita yang merokok semakin bertambah banyak. Merokok saat ini juga dianggap menjadi penyebab dari kegagalan kehamilan, meningkatnya kematian bayi, dan penyakit lambung kronis. Merokok dapat mengganggu kerja paru-paru yang normal karena hemoglobin lebih mudah membawa karbon

dioksida membentuk karboksihemoglobin daripada membawa oksigen. Orang yang banyak merokok (perokok aktif) dan orang yang banyak mengisap asap rokok (perokok pasif), dapat berakibat paru-parunya lebih banyak mengandung karbon monoksida dibandingkan oksigen sehingga kadar oksigen dalam darah kurang lebih 15% daripada kadar oksigen normal (Nururrahmah, 2014). Bahkan 1 dari 5 kematian manusia diakibatkan oleh konsumsi rokok (*The ASEAN Tobacco Control Report*, 2015).

Akibat buruk yang disebabkan oleh kebiasaan merokok juga diakibatkan oleh adanya berbagai senyawa yang ada di dalam rokok tersebut. Di dalam rokok, terutama pada tembakau rokok terkandung berbagai senyawa antara lain senyawa golongan alkaloid (nikotin, nikotirin, anabasin, myosmin, dan lain-lain) yang memiliki efek stimulant (Nururrahmah, 2014) dan berbagai senyawa logam yaitu Cd, Pb, As, Cu, Fe, Zn, Mn, Ni, Cr dan Se (Eneji *et al.*, 2013; Sebiawu *et al.*, 2014).

Salah satu logam berat yang berbahaya yang terkandung dalam tembakau rokok adalah Cu (Tembaga). Kadar logam Cu dalam rokok filter dan rokok kretek dalam berbagai merk dagang, mengandung sekitar 6,02 – 15,9 $\mu\text{g/g}$ (Vincent *et al.*, 2011), sedangkan menurut Pourkhabbaz & Pourkhabbaz (2012) dalam rokok terkandung logam Cu sebesar 9,7 $\mu\text{g/g}$ dalam berbagai merk rokok yang beredar di negara Iran. Penelitian lain menunjukkan bahwa kadar logam Cu dalam rokok sebesar 10,2 – 21,8 $\mu\text{g/g}$ untuk berbagai merk rokok yang beredar di Ghana (Sebiawu *et al.*, 2014).

Penentuan kadar Cu dalam rokok bisa digunakan berbagai metode pengujian. Salah satunya adalah menggunakan metode Spektrofotometri yaitu Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Selain itu, dalam pengolahan data hasil analisis perlu dilakukan metode validasi untuk menjamin keberhasilan suatu hasil

analisis. Menurut Sa'adah dkk., (2010) tentang penetapan kadar Cu menggunakan metode SSA, harga linieritas metode Spektrofotometri Serapan Atom adalah 0,9997 dengan nilai akurasi 102,61%, nilai presisi 0,399%, limit deteksi adalah 0,001 mg/L dan limit kuantitasi sebesar 0,002 mg/L. Selain itu, menurut Utami (2017) nilai akurasi metode Spektrofotometri Serapan Atom sebesar 95,99 %, nilai presisi sebesar 1,21%, nilai r sebesar 0,999 dan nilai signifikansi (nilai t) *Levene's Test Equality of Variance* pada pengolahan data SPSS adalah 1,000 ($> 0,05$) yang menunjukkan bahwa metode Spektrofotometri Serapan Atom memiliki tingkat selektivitas yang baik.

Berdasarkan uraian di atas, peneliti bermaksud untuk melakukan analisis kandungan Cu (Tembaga) dalam rokok menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom serta memvalidasi dengan berbagai parameter yaitu akurasi, presisi, linieritas, selektivitas, LoD (*Limit of Detection*) dan LoQ (*Limit of Quantitation*).

1.2 Rumusan Masalah

Validasi metode uji kadar Cu (Tembaga) dalam rokok kretek menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dapat dilakukan penelitian berdasarkan rumusan masalah berikut ini yaitu:

- a. Berapakah kadar Cu (tembaga) yang terkandung di dalam rokok kretek dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom?
- b. Bagaimana validitas metode uji pada penentuan kadar Cu (tembaga) yang terkandung di dalam rokok kretek dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom berdasarkan parameter presisi, akurasi, LoD (*Limit of Detection*), LoQ (*Limit of Quantitation*) dan selektivitas?

1.3 Tujuan

Adapun tujuan penelitian ini adalah:

- a. Menganalisis kadar Cu (tembaga) yang terkandung di dalam rokok kretek dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom.
- b. Melakukan validasi metode uji pada penentuan kadar Cu (tembaga) yang terkandung di dalam rokok dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom berdasarkan parameter presisi, akurasi, LoD (*Limit of Detection*), LoQ (*Limit of Quantitation*) dan selektivitas.

1.4 Manfaat

- a. Bagi peneliti:
Untuk menambah pengetahuan tentang validasi metode uji pada penentuan kadar Cu (tembaga) yang terkandung di dalam rokok kretek dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom.
- b. Bagi perkembangan IPTEK:
memberikan tambahan wawasan dan pengetahuan mengenai konsentrasi kandungan Cu (tembaga) dalam rokok kretek.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Rokok Kretek

Rokok adalah hasil olahan tembakau yang terbungkus dihasilkan dari tanaman *Nicotiana tabacum*, *Nicotiana rustica* dan spesies lainnya atau sintetisnya yang mengandung nikotin dan tar dengan atau tanpa bahan tambahan (Heryani, 2014). Rokok adalah gulungan tembakau (kira - kira sebesar jari kelingking) yang dibungkus daun nipah atau kertas (KBBI, 2016). Menurut PP. RI. No. 109. 2012 rokok adalah produk tembakau yang penggunaannya dengan cara dibakar dan dihisap asapnya dan/atau dihirup asapnya yang dihasilkan dari tanaman *Nicotiana tabacum*, *Nicotinia rustica*, dan spesies lainnya atau sintesisnya yang asapnya mengandung nikotin dan tar dengan atau tanpa bahan tambahan.

Pada peredarannya rokok memiliki berbagai jenis, salah satunya adalah rokok kretek. Rokok kretek ditemukan oleh seorang pria bernama Noto Semito dari Kota Kudus. Nama kretek sendiri berasal dari bunyi mengkretek apabila rokok tersebut dibakar (Hanusz, 2000). Rokok kretek merupakan gabungan tembakau (60-80%) dan kuncup bunga cengkeh yang dihaluskan (20-40%) (Joseph, 2016). Rokok kretek dicirikan oleh bau dan rasanya yang khas serta bunyi mengkretek yang timbul dari hasil pembakaran cengkeh yang terkandung dalam rokok kretek tersebut (Soetiarto, 1995).

Rokok kretek yang mengandung cengkeh ini memiliki beberapa komposisi yang berbeda dari rokok putih. Rokok kretek mengandung 5 komposisi tambahan yaitu eugenol, acethyl eugenol, β -caryophillene, α humulene, caryophillepoxide.

Efek eugenol yang telah diteliti yaitu eugenol merupakan bahan anestetik yang digunakan oleh dokter gigi sehingga dapat menimbulkan efek anestesi pada pengguna rokok kretek. Eugenol juga memiliki efek lain seperti antikonvulsan, penghambat transmisi neural, dan peradangan. Rokok kretek dapat menyebabkan pneumonitis aspirasi yang disebabkan berkurangnya reflek faringeal akibat efek anestesi dari eugenol tersebut. Dalam rokok kretek terkandung sekitar 20 mg tar dan 44 – 45 mg nikotin (Alamsyah, 2009).

Pada saat rokok dibakar, akan timbul abu dan asap. Asap yang dihembuskan pada saat merokok dapat dibedakan atas dua, yaitu asap utama dan asap samping. Asap utama merupakan bagian asap tembakau yang dihirup langsung oleh perokok, sedangkan asap samping merupakan asap tembakau yang disebarkan ke udara bebas dan dapat dihirup oleh orang lain yang berada di ruangan yang sama dan dikenal sebagai perokok pasif. Dari ribuan jenis bahan kimia yang terdapat dalam rokok, 40 jenis diantaranya bersifat karsinogenik dan telah diidentifikasi antara lain: benzo(α)pyrene, cadmium, nikel, zink, karbon monoksida, cairan pembersih lantai, dan nitrogen oksida, yang mana bahan toksik ini banyak terdapat pada asap samping. Karbon monoksida lima kali lipat lebih banyak terdapat pada asap samping, benzo(α)pyrene tiga kali lipat, dan ammonia lima puluh kali lipat jumlahnya dalam asap samping. Bahan-bahan tersebut dapat bertahan lama beberapa jam dalam ruangan setelah kegiatan merokok dihentikan. Oleh karena itu, asap rokok yang terdapat di udara dapat meningkatkan resiko terjadinya penyakit jantung (Mulyono, 1995).

2.2 Cu (tembaga)

Nama Cu (tembaga) yang dalam bahasa Inggris disebut *copper* berasal dari kata *kyprios* yang berarti pulau Cyprus, tempat dimana logam Cu banyak ditemukan di Yunani (Asriani, 2017). Cu (tembaga) merupakan logam transisi yang berwarna kemerahan dengan nomor atom 29, massa atom 63,546, titik lebur 1083°C dan titik didih 2310°C (Kundari dan Wiyuniati, 2008). Logam Cu jarang ditemukan dalam keadaan murni di alam, biasanya logam Cu ditemukan dalam kondisi bercampur dengan zat atau logam lain. Logam Cu memiliki 2 jenis yang didasarkan pada valensinya, yaitu Cu (II) atau Cupri dan Cu(I) atau Cupro. Logam Cu sendiri merupakan logam esensial bagi organisme. Manfaat logam Cu dalam tubuh antara lain untuk sintesis protein, membantu pertumbuhan tulang, pembentukan hemoglobin dan sel – sel darah merah, tetapi dalam jumlah yang berlebih dapat menimbulkan efek toksik bagi makhluk hidup (Asriani, 2017).

Mineral Cu yang terkandung dalam tubuh manusia diperkirakan sekitar 1,5 sampai 2,5 mg/Kg berat badan bebas lemak. Pada jaringan tubuh baik dalam hati, otak, jantung dan ginjal mengandung Cu yang tinggi dibanding dengan jaringan lainnya. Sifat logam Cu yang mudah berikatan dengan zat organik dalam tubuh manusia serta tidak dapat dihancurkan oleh sel tubuh membuat jumlah logam Cu dalam tubuh terakumulasi. Hal inilah yang menyebabkan logam Cu menjadi bersifat toksik. Paparan logam Cu dalam waktu lama pada manusia akan menyebabkan terjadinya akumulasi bahan – bahan kimia dalam tubuh manusia yang dalam periode waktu tertentu akan menyebabkan munculnya efek yang merugikan kesehatan penduduk (Widowati, 2008).

Menurut Windri (2011) bentuk – bentuk keracunan logam Cu pada manusia adalah sebagai berikut:

1. Keracunan akut

Gejala-gejala yang dapat dideteksi sebagai akibat keracunan akut adalah adanya rasa logam pada pernafasan penderita dan adanya rasa terbakar pada epigastrium dan muntah yang terjadi secara berulang-ulang.

2. Keracunan kronis

Pada manusia, keracunan Cu yang kronis dapat dilihat dengan timbulnya penyakit *Wilson* dan *Kinsky*. Gejala dari penyakit Wilson ini adalah terjadi *hepatic cirrhosis*, kerusakan pada otak dan demyelinasi, serta terjadinya penurunan kerja ginjal dan pengendapan Cu dalam kornea mata. Penyakit Kinsky dapat diketahui dengan terbentuknya rambut yang kaku dan berwarna kemerahan pada penderita.

Penelitian yang dilakukan terhadap 15 orang pengidap penyakit Wilson menunjukkan bahwa kadar Cu yang berlebih dalam tubuh mengakibatkan penurunan sintesis protein dan peningkatan kadar Cu dalam hati. Cu yang berlebih dalam tubuh disimpan di dalam organ hati, yang mana kandungan logam Cu yang mengidap penyakit Wilson pada pasien berusia 22 tahun sebanyak 89,9 $\mu\text{g/g}$ dan akhirnya meninggal dunia. Efek terbesar dari penyakit Wilson ini adalah kematian setelah umur 30 tahun (Angelova *et al.*, 2011).

2.3 Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi serapan atom didasarkan pada penyerapan energi sinar oleh atom - atom netral. Atom-atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai energi yang cukup untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom, yang mana transisi elektronik suatu atom bersifat spesifik. Dengan menyerap energi, maka akan memperoleh energi sehingga suatu atom pada keadaan dasar dapat ditingkatkan energinya ke tingkat eksitasi (Greenberg, 1992). Metode ini

didasarkan pada absorpsi atomik yaitu penyerapan radiasi yang dipancarkan dari suatu sumber radiasi oleh suatu medium yang terdiri dari atom-atom bebas yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom bebas yang berada pada tingkat energi dasar. Penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) ini dilakukan dengan energi api atau arus listrik. Teknik pemanasan dengan pemanfaatan nyala api merupakan cara yang paling umum digunakan, yaitu dengan menyemprotkan larutan yang dianalisis ke dalam nyala tertentu dan pelarut pada sampel akan menguap meninggalkan partikel padat. Setelah itu, terjadi perubahan bentuk dari padatan menjadi gas dan senyawa yang terdapat di dalam sampel akan berdisosiasi menjadi bentuk atom-atomnya (Vandecasteele and Block, 1993; Welz and Michael, 2005). Berikut adalah bagian-bagian dari Spektrofotometer Serapan Atom:

2.3.1 Sumber Sinar

Sumber sinar yang lazim dipakai adalah lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda sendiri berbentuk silinder berongga yang terbuat dari logam atau dilapisi logam tertentu. Tabung logam ini diisi dengan gas mulia (Neon dan Argon) dengan tekanan rendah (10-15 torr) (Ganjar dan Rohman, 2007).

2.3.2 Tempat Sampel

Dalam analisis SSA, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom atom netral yang masih dalam keadaan dasar. Ada berbagai macam alat yang dapat digunakan untuk mengubah suatu sampel menjadi atom atomnya yaitu

dengan nyala (*flame*) dan dengan tanpa nyala (*flameless*) (Ganjar dan Rohman, 2007).

2.3.3 Nyala (*flame*)

Nyala digunakan untuk mengubah sampel yang berupa padatan atau cairan menjadi uap bentuk atomnya dan juga berfungsi untuk atomisasi. Sumber nyala yang paling banyak digunakan adalah campuran asetilen sebagai pembakar dan udara sebagai pengoksidasinya (Ganjar dan Rohman, 2007).

2.3.4 Tanpa Nyala (*flameless*)

Pengatoman dapat dilakukan dalam tungku dari grafit yang dikembangkan oleh Masman. Tungku ini berbentuk tabung grafit yang dipanaskan dengan sistem elektrik dengan cara melewatkan arus listrik pada grafit. Sistem pemanasan dengan tanpa nyala ini dapat melalui 3 tahap yaitu pengeringan (*drying*), pengabuan (*ashing*) dan pengatoman (Ganjar dan Rohman, 2007).

2.3.5 Monokromator

Pada SSA, 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 dengan *copper* (Ganjar dan Rohman, 2007).

2.3.6 Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman. Biasanya digunakan tabung penggandaan foton (*photomultiplier tube*) (Ganjar dan Rohman, 2007).

2.3.7 Readout

Readout merupakan suatu alat penunjuk atau dapat juga diartikan sebagai sistem pencatat hasil dengan suatu alat yang telah terkalibrasi untuk pembacaan suatu transmisi atau absorbs. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau beberapa kurva dari suatu *recorder* yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Ganjar dan Rohman, 2007).

2.3.8 Tabung Gas

Tabung gas pada SSA yang digunakan merupakan tabung gas yang berisi gas asetilen. Regulator pada tabung gas asetilen berfungsi untuk pengaturan banyaknya gas yang akan dikeluarkan, dan gas yang berada di dalam tabung. Spedometer pada bagian kanan regulator merupakan pengatur tekanan yang berada di dalam tabung (Greenberg, 1992).

2.3.9 Ducting

Ducting merupakan bagian cerobong asap untuk menyedot asap atau sisa pembakaran pada SSA, yang langsung dihubungkan pada cerobong asap bagian luar pada atap bangunan, agar asap yang dihasilkan oleh AAS, tidak berbahaya bagi lingkungan sekitar (Greenberg, 1992).

2.3.10 Amplifier

Amplifier merupakan suatu alat untuk memperkuat signal yang diterima dari detektor sehingga dapat dibaca alat pencatat hasil (*Readout*) (Greenberg, 1992).

2.4 Validasi Metode Uji

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.

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*). Beberapa parameter yang harus ditentukan dalam validasi metode uji menurut EUROCHEM:

2.4.1 Akurasi

Akurasi adalah ukuran 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 cara, yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*).

Akurasi merupakan derajat ketepatan antara nilai yang diukur dengan nilai sebenarnya yang diterima (Gary, 1997). Uji akurasi dilihat dari bahan kontrol dan dihitung sebagai persen *recovery* (%R). Sehingga diperoleh metode yang akurat.

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{A-B}{C} \times 100 \% \dots\dots\dots (2.1)$$

Keterangan:

A = Konsentrasi sampel yang di *spike*

B = Konsentrasi sampel yang tidak di *spike*

C = Konsentrasi standar yang diperoleh

Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap analit pada matriks dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 2.1 Nilai persen recovery berdasarkan nilai konsentrasi sampel

Analit pada matriks sampel	Recovery yang diterima (%)
$10 < A \leq 100$ (%)	98 – 102
$1 < A \leq 10$ (%)	97 – 103
$0,1 < A \leq 1$ (%)	95 – 105
$0,001 < A \leq 0,1$ (%)	90 – 107
$100 \text{ ppb} < A \leq 1 \text{ ppm}$	80 – 110
$10 \text{ ppb} < A \leq 100 \text{ ppb}$	60 – 115
$1 \text{ ppb} < A \leq 10 \text{ ppb}$	40 – 120

Sumber: Harmita (2004)

2.4.2 Presisi

Presisi atau *precision* adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian anantara 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 relatif (koefisien variasi) (Riyanto, 2014). Presisi metode dapat dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan), *intermediate precision* (presisi antara) dan *reproducibility* (ketertiruan). Presisi dari metode uji ditentukan dengan rumus:

$$RSD = \frac{SD}{x} \cdot 100\% \quad \dots\dots\dots(2.2)$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad \dots\dots\dots(2.3)$$

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n} \quad \dots\dots\dots(2.4)$$

Keterangan

SD : Standar Deviasi

\bar{x} : Nilai Rata-rata

n : Ulangan

RSD : *Relative Standar Deviation*

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang (Riyanto, 2014).

2.4.3 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linier $y = bx + a$. Koefisien korelasi adalah suatu ukuran hubungan linier antara dua set data dan ditandai dengan r . Hubungan linier yang $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis. Sedangkan nilai a menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan. Parameter hubungan kelinieran yang digunakan yaitu koefisien korelasi (r) dan koefisien determinasi (R) pada analisis regresi linier $y = bx + a$ (b adalah slope, a adalah intersep, x adalah konsentrasi analit dan y adalah respon instrumen). Linieritas menunjukkan kemampuan metode analisis untuk menghasilkan respon yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel pada kisaran atau rentang yang ada (Riyanto, 2014).

2.4.4 Selektivitas

Selektivitas suatu metode adalah kemampuan suatu metode yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel. Selektivitas seringkali dapat dinyatakan sebagai derajat penyimpangan (*degree of bias*) metode yang dilakukan terhadap sampel yang mengandung bahan yang ditambahkan berupa cemaran, hasil urai, senyawa sejenis, senyawa asing lainnya dan dibandingkan terhadap hasil analisis sampel yang tidak mengandung bahan lain yang ditambahkan. Derajat kesesuaian kedua hasil analisis tersebut merupakan ukuran selektivitas (Riyanto, 2014).

2.4.5 LoD (*Limit of Detection*) dan LoQ (*Limit of Quantitation*)

Limit deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Limit deteksi merupakan parameter uji batas. Limit kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Riyanto, 2014). Kantasubrata (2008) menyatakan bahwa limit deteksi (LoD) adalah konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat terdeteksi, akan tetapi tidak perlu terkuantisasi, di bawah kondisi pengujian yang disepakati. Limit kuantitasi (LoQ) atau biasa disebut juga limit pelaporan (*limit of reporting*) adalah konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi yang dapat diterima, di bawah kondisi pengujian yang disepakati.

Limit deteksi dan limit kuantisasi tidak dapat dipisahkan karena diantara keduanya terdapat hubungan yang sangat kuat. Secara praktis cara evaluasi keduanya dapat dikatakan tidak ada perbedaan yang signifikan. Perbedaan di antara keduanya hanya pada sifat kuantitatif data yang diperoleh (Riyanto, 2014). Cara penentuan LoD dan LoQ dengan menggunakan metode perhitungan MDL (*Method Detection Limit*). MDL atau dalam bahasa Indonesia disebut Limit Deteksi Metode adalah sinyal terkecil yang dapat diberikan suatu metode menggunakan suatu instrument tertentu, dimana sinyal yang diberikan berhubungan secara ekuivalen terhadap konsentrasi sampel. Untuk tujuan sertifikasi laboratorium, nilai MDL setara dengan LoD suatu instrument (*Wiscosin Department of Natural Resources Laboratory Certification Program, 1996*). Untuk menentukan nilai LoD dan LoQ, dapat digunakan rumus sebagai berikut:

LoD: $t\text{-value} \times \text{standar deviasi}$

LoQ: 10 x standar deviasi

Tabel 2.2 *T-value*

Banyak pengujian (n)	Df	T-value
4	3	4,341
5	4	3,747
6	5	3,365
7	6	3,143
8	7	2,998
9	8	2,896
10	9	2,821

Sumber: (Junaidi, 2010)

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilaksanakan di Laboratorium Balai Mutu Hasil Pertanian dan Perkebunan Mojosongo Surakarta pada bulan April – Juni 2018

3.2 Bahan Penelitian

Sampel adalah rokok kretek dengan 7 merk yang berbeda, Aquabidest, CRM (*Certified Reference Material* stok Cu 1000 mg/L (Merck), CRM (*Certified Reference Material*) stok Zn 1000 mg/L (Merck), CRM (*Certified Reference Material*) stok Pb 1000 mg/L (Merck), HNO₃ 60% (Merck).

3.3 Alat Penelitian

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Shimadzu AA-7000, lampu katoda berongga (*Hallow Cathode Lamp*) Cu, alat gelas 100 dan 250 ml, pipet mikro, corong gelas, kertas saring *whatman* 42, labu takar 25 mL, 5 mL dan 10mL, botol semprot dan batang pengaduk.

3.4 Teknik Sampling

Teknik pengambilan sampel dilakukan menggunakan teknik *probability sampling*, yang mana setiap sampel yang diambil dianggap mewakili keseluruhan sampel. Dalam penelitian ini sampel yang digunakan adalah rokok kretek dengan 7 merk yang berbeda.

3.5 Cara Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Sebanyak 4 batang rokok kretek pada setiap merk sampel direndam menggunakan 50 mL HNO₃ 10% selama 2 jam. Hasil rendaman disaring menggunakan kertas *Whatman* no 42. Sebanyak 1 mL filtrat dimasukkan ke dalam

labu takar 10 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3.5.2 Pembuatan Larutan Standar Cu 10 mg/L

Sebanyak 0,5 mL larutan standar Cu 1000 mg/L dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL. Ditambahkan aquabidest sampai tanda batas dan dihomogenkan.

3.5.3 Pembuatan Seri Larutan Standar Cu 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L

Sebanyak 0,05 mL; 0,1 mL; 0,2 mL; 0,4 mL dan 0,6 mL larutan standar Cu 10 mg/L dimasukkan ke dalam masing-masing labu takar 10 mL dan menepatkan dengan aquabidest sampai tanda batas lalu menghomogenkannya hingga diperoleh larutan seri standar Cu 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L.

3.5.4 Pembuatan Kurva Standar dan Pengukuran Absorbansi Sampel

Larutan seri standar standar Cu 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L diukur absorbansinya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada $\lambda = 324,8$ nm. Selanjutnya membuat kurva standar untuk mendapatkan persamaan garis regresi. Kemudian melanjutkan dengan pengukuran sampel yang sudah disiapkan.

3.5.5 Validasi Metode Uji

Uji Akurasi. Uji akurasi dilakukan melalui uji perolehan kembali. Dilakukan dengan metode *spiking* yaitu dengan cara menambahkan 0,1 ml larutan standar Cu 8,8504 mg/L dan 9,9 ml larutan sampel hasil pengenceran yang kadarnya telah diketahui sebelumnya dan analisis memberikan hasil pengukuran yang identik dengan nilai sebenarnya. Uji akurasi dilakukan dengan metode adisi standar.

Uji Presisi. Uji presisi dilakukan dengan mengulang analisis dari sampel sebanyak 7 kali dan menghitung nilai simpangan baku (standar deviasi), kemudian dapat ditentukan nilai *Relative Standar Deviation*. Uji presisi yang dilakukan termasuk uji keterulangan (*repeatability*)

Uji Linearitas. Uji linearitas dilakukan dengan membuat deret standar. Analisis dilakukan pada masing-masing konsentrasi menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom dengan pengulangan sebanyak 3 kali. Korelasi antara respon analitik rerata yang didapat dengan konsentrasi teoritis analit dapat dihitung.

Uji Selektivitas. Uji selektivitas dilakukan dengan mengukur absorbansi sampel dengan penambahan 1 ml larutan standar Pb 0,2 mg/L dan Zn 0,2 mg/L. Kemudian sampel tanpa penambahan larutan standar Pb dan Zn. Dari data yang diperoleh dapat dibandingkan.

Uji LoD (*Limit of Detection*) dan LoQ (*Limit of Quantitation*). Cara penentuan LoD dan LoQ dengan menggunakan metode perhitungan MDL (*Method Detection Limit*). Nilai yang didapatkan dari perhitungan MDL digunakan sebagai acuan dalam penentuan LoD dan LoQ melalui pembacaan konsentrasi larutan sampel yang diduga sebagai LoD dan LoQ menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

3.6 Analisis Data

3.6.1 Uji Akurasi

Uji akurasi dilihat dari bahan kontrol dan dihitung sebagai persen *recovery* (%R). Sehingga diperoleh metode yang akurat.

$$Recovery (\%) = \frac{A-B}{C} \times 100 \% \dots\dots\dots(2.1)$$

Keterangan:

A = Konsentrasi sampel yang di-*spike*

B = Konsentrasi sampel yang tidak di-*spike*

C = Konsentrasi standar yang diperoleh

Nilai akurasi yang baik di tentukan dari *persen recovery* yang mendekati angka 100%.

3.6.2 Uji Presisi

Presisi suatu metode uji ditentukan berdasarkan %RSD (simpangan baku relative). Dimana tingkat presisi suatu metode dikatakan baik bila %RSD nya ≤ 2 (Riyanto, 2014).

3.6.3 Uji Linieritas

Linieritas suatu metode dapat diketahui melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit. Linieritas metode dapat menggambarkan ketelitian pengerjaan analisis suatu metode yang ditunjukkan oleh nilai koefisien korelasi $\geq 0,995$ (Harmita, 2004).

3.6.4 Uji Selektivitas

Tingkat selektifitas metode uji dilakukan dengan pengolahan data melalui SPSS. Tingkat selektivitas ditentukan dari nilai signifikansi pada uji *One Way ANOVA*. Bila nilai signifikansi $> 0,05$ maka metode uji yang digunakan memiliki selektivitas yang baik.

3.6.5 Uji LoD (*Limit of Detection*) dan LoQ (*Limit of Quantitation*)

Nilai LoD dan LoQ ditentukan menggunakan perhitungan berikut:

LoD: t-value x standar deviasi

LoQ: 10 x standar deviasi

Nilai tersebut dibuktikan kebenarannya melalui pembacaan konsentrasi larutan sampel secara langsung menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

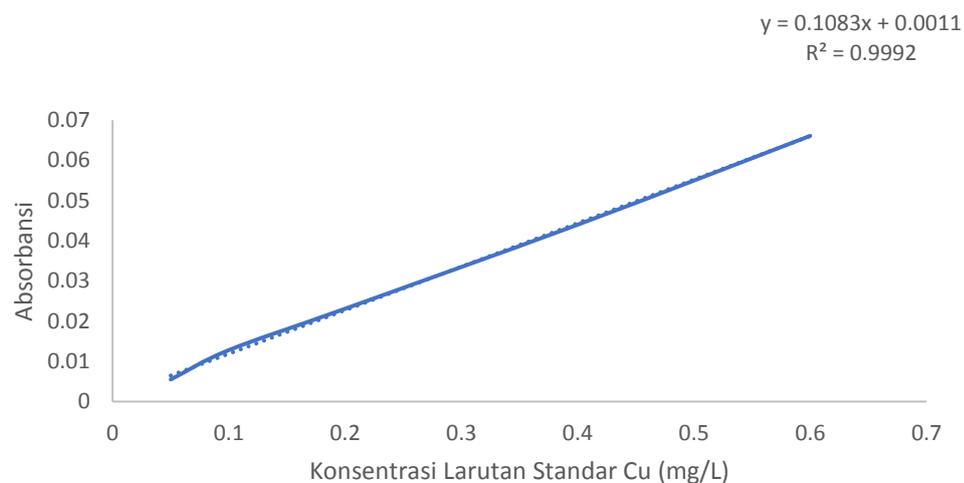
Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam Cu dalam rokok kretek menggunakan metode spektrofotometri dan melakukan validasi metode berdasarkan parameter Presisi, Akurasi, Linieritas, Selektivitas, Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantitasi (LoQ). Dalam melakukan penelitian ini digunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Shimadzu AA-7000 dengan panjang gelombang 324,8 nm. Dalam pelaksanaannya dilakukan beberapa tahapan yang meliputi preparasi sampel, pembuatan kurva kalibrasi standar, penentuan kadar logam Cu dalam sampel, uji presisi, uji akurasi, uji selektivitas, uji limit deteksi dan limit kuantitasi. Berikut adalah hasil dan pembahasan pada penelitian validasi metode uji pada penentuan kadar logam Cu dalam rokok kretek menggunakan metode spektrofotometri serapan atom.

5.1 Kurva Kalibrasi Standar

Kurva Kalibrasi Standar adalah hubungan atau korelasi antara konsentrasi analit (X) dengan respon detektor (Y), dalam hal ini respon detektornya adalah absorbansi. Kurva kalibrasi standar digunakan untuk menentukan persamaan atau regresi linier yang dapat digunakan dalam penentuan konsentrasi suatu analit sampel. Pada tahap ini digunakan deret larutan standar Cu pada konsentrasi 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; dan 0,6 mg/L. Masing – masing larutan standar diukur absorbansinya pada panjang gelombang 324,8 nm. Berikut adalah hasil pembacaan absorbansi larutan standar Cu dan kurva kalibrasi standar yang diperoleh.

Tabel 4.1 Data absorbansi dan konsentrasi larutan standar

Konsentrasi Larutan Standar Cu (mg/L)	Absorbansi
0,05	0,0055
0,1	0,0128
0,2	0,0231
0,4	0,0440
0,6	0,0661

**Gambar 4.1** kurva kalibrasi standar Cu

Berdasarkan Kurva Kalibrasi Standar didapatkan persamaan atau regresi linier $Y = 0,1083X + 0,011$ dengan nilai R^2 sebesar 0,9992.

5.2 Penentuan Kadar Logam Cu Dalam Sampel Rokok Kretek

Logam Cu merupakan salah satu logam yang beracun, dalam produk rokok kretek logam Cu termasuk zat pengotor. Dalam penelitian ini, ketujuh merk rokok kretek yang digunakan positif mengandung logam Cu. Berikut hasil analisis kadar logam Cu dalam sampel rokok kretek:

Tabel 4.2 Kadar logam Cu

Nama Sampel	Kadar Cu (mg/batang)
A	0,01870
B	0,01858
C	0,01524
D	0,01835
E	0,01858
F	0,01174
G	0,01489

Dari tabel di atas, dapat diketahui bahwa ketujuh sampel rokok kretek yang digunakan mengandung logam Cu antara 0,01174 – 0,01870 mg/batang.

5.3 Validasi Metode Uji

5.3.1 Uji akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kriteria akurasi sangat tergantung pada konsentrasi sampel dan keseksamaan metode (RSD) (Riyanto, 2014). Dalam melakukan evaluasi akurasi melalui uji perolehan kembali, maka dilakukan pengujian akurasi menggunakan metode *spiking* (penambahan larutan standar). Hal yang harus dipertimbangkan adalah analit yang ditambahkan ke sampel berbentuk padatan bila memungkinkan atau larutan yang sangat pekat. Hal ini dimaksudkan agar tidak merubah matriks sampel serta menghindari pengenceran yang dapat mempengaruhi konsentrasi sampel. Dalam penambahan analit ke dalam sampel, volume analit yang ditambahkan tidak melebihi 2% (Hadi, 2014).

Penambahan konsentrasi larutan standar (*spike*) dihitung terlebih dahulu berdasarkan konsentrasi sampel yang diperoleh pada salah satu merk rokok

kretek. Berikut adalah hasil pengujian akurasi yang ditunjukkan oleh perhitungan perolehan kembali yang disajikan pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Data uji akurasi

keterangan	% <i>Recovery</i> (%)
Sampel + larutan standar Cu 1	93,90
Sampel + larutan standar Cu 2	104,33
Sampel + larutan standar Cu 3	97,03
<i>Range % Recovery (%)</i>	93,90 – 104,33

Berdasarkan data perhitungan % *Recovery* pada tabel di atas, dapat diketahui bahwa % *Recovery* (perolehan kembali) ini dapat diterima karena telah memenuhi persyaratan yang ditentukan yaitu pada rentang rata – rata persen perolehan kembali 80 – 110% (Harmita, 2004). Hal ini menunjukkan bahwa metode yang dilakukan memiliki tingkat keakuratan yang baik.

5.3.2 Uji Presisi

Sampel yang digunakan pada penentuan presisi ini adalah salah satu dari ketujuh merk rokok kretek yang dianalisis sebanyak 7 kali. Nilai presisi yang didapatkan pada penelitian ini dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan) yang mana analisis yang dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi yang sama dan dalam interval waktu yang pendek sehingga memberikan ukuran keseksamaan pada kondisi normal (Riyanto, 2014). Nilai presisi ditunjukkan dalam bentuk persentase *Relative Standard Deviation* (% RSD) (Hidayati dkk., 2014). Dalam penentuannya, suatu metode dianggap memiliki presisi yang baik apabila %RSD yang didapatkan $\leq 2\%$ (Wisudyaningsih, 2012). Berikut adalah hasil uji presisi pada penentuan kadar logam Cu dalam rokok kretek menggunakan metode spektrofotometri serapan atom.

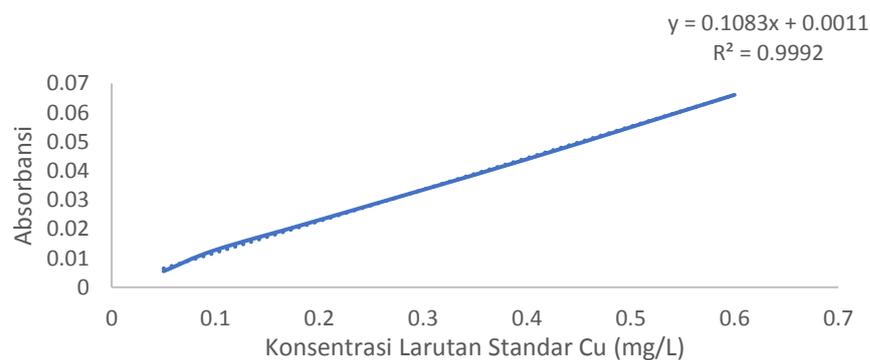
Tabel 4.4 Hasil uji presisi

Metode	Rerata Konsentrasi Sampel (mg/L)	Standar Deviasi	%RSD
Spektrofotometri Serapan Atom	0,0288	0,0020	0.685913

Berdasarkan tabel di atas, dapat diketahui bahwa %RSD yang didapatkan $\leq 2\%$. Hal ini menunjukkan bahwa metode penelitian yang digunakan memiliki presisi yang baik. Sehingga metode yang digunakan dalam penelitian ini memiliki tingkat keterulangan yang baik dan menunjukkan tingkat keakuratan diantara individual hasil uji dalam suatu pengujian (Riyanto, 2014).

5.3.3 Uji Linieritas

Koefisien korelasi (r) merupakan suatu hubungan linier antara konsentrasi analit dengan absorbansi yang dibaca oleh spektrofotometer serapan atom. Persamaan yang menyatakan konsentrasi analit dan respon detektor pada penelitian ini ditunjukkan oleh gambar 4.2.

**Gambar 4.2** Kurva standar Cu

Berdasarkan gambar di atas, dapat diketahui bahwa nilai R^2 yang dihasilkan oleh persamaan adalah 0,9992. Dimana nilai r yang dihasilkan adalah

0,9996. Sehingga dapat disimpulkan bahwa metode analisis yang digunakan memiliki nilai linieritas yang baik, karena memenuhi batas penerimaan yang dikehendaki yaitu nilai $r \geq 0,995$ (Harmita, 2004). Selain itu, kurva kalibrasi yang dihasilkan juga harus linier yang ditunjukkan nilai R^2 mendekati 1. Bila suatu metode analisis memiliki linieritas yang baik, maka metode analisis tersebut memiliki kecermatan dan keseksamaan yang dapat diterima (Riyanto, 2014). Sebaliknya, apabila suatu metode analisis memiliki linieritas yang tidak baik maka kesalahan hasil dalam analisis semakin besar (Utami, 2017).

5.3.4 Uji Selektivitas

Pengujian selektivitas digunakan untuk melihat pengaruh senyawa – senyawa lain pada senyawa uji dalam metode analisis yang digunakan (Oktavia, 2006). Berikut hasil penentuan selektivitas disajikan pada tabel 4.5.

Tabel 4.5 Hasil pengujian selektivitas

Konsentrasi sampel (mg/L)	Konsentrasi sampel + standar Pb (mg/L)	Konsentrasi sampel + standar Zn (mg/L)
0,145891	0,146814	0,146814
0,145891	0,146814	0,146814
0,147738	0,147738	0,146814
0,147738	0,149584	0,147738
0,147738	0,149584	0,147738
0,147738	0,150508	0,147738
0,150508	0,150508	0,148661
Rerata = 0,147474	Rerata = 0,148793	Rerata = 0,147474

Berdasarkan tabel di atas dapat diketahui bahwa konsentrasi yang dihasilkan dari pembacaan absorbansi masing – masing larutan menggunakan spektrofotometer serapan atom memiliki selisih nilai rata – rata konsentrasi logam Cu yang kecil. Untuk menentukan tingkat selektivitas metode analisis, digunakan sistem pengolahan data SPSS *one-way ANOVA*. Uji ANOVA merupakan salah satu uji parametrik yang digunakan untuk mengetahui hubungan antara sampel

yang satu dengan yang lain. Digunakan jenis pengujian satu arah (*one-way ANOVA*) karena perlakuan yang diberikan kepada sampel berbeda dan dilakukan pengulangan pembacaan sinyal tanpa ada perbedaan konsentrasi larutan sampel dari ketiga perlakuan.

Analisis pertama yang dilakukan pada pengolahan data SPSS adalah uji homogenitas. Uji homogenitas dilakukan untuk mengetahui sifat larutan yang digunakan dalam analisis memiliki tingkat homogenitas yang baik atau tidak, dengan kata lain larutan yang dibuat bersifat homogen atau tidak.

Tabel 4.6 Hasil uji homogenitas

Perlakuan	Jumlah (n)	Subset for alpha = 0,05
		1
Sampel	7	0,1475
Sampel + standar Pb	7	0,1476
Sampel + standar Zn	7	0,1488
Sig.		0,194

Berdasarkan tabel di atas, dapat diketahui bahwa larutan yang digunakan dalam analisis selektivitas bersifat homogen. Hal ini didasarkan pada nilai signifikansi yang diperoleh pada pengujian homogenitas $> 0,05$ (Jainuri, 2013). Selanjutnya, dilakukan analisis normalitas menggunakan uji *one sample Kolmogrov-Smirnov*. Uji normalitas dilakukan untuk mengetahui sifat data yang digunakan telah terdistribusi secara normal atau tidak. Data yang bersifat normal harus terpenuhi karena dalam penentuan selektivitas digunakan uji parametrik ANOVA (Jainuri, 2013). Uji normalitas data ditunjukkan pada tabel 4.7.

Tabel 4.7 Hasil uji normalitas

Deskripsi	Data
Jumlah (n)	21
Rerata	0,148
Std. Deviasi	0,00143
Sig. (2-tailed)	0,083

Nilai signifikansi pada pengujian normalitas data $> 0,05$ sehingga data yang digunakan terdistribusi secara normal. Data yang terdistribusi secara normal menunjukkan bahwa sampel yang digunakan dapat mewakili sifat dan karakteristik populasi secara nyata (Jainuri, 2013).

Setelah didapatkan hasil uji homogenitas dan uji normalitas yang memenuhi persyaratan, dilakukan penentuan selektivitas metode analisis menggunakan uji ANOVA. Hasil uji ANOVA dalam penentuan selektivitas metode analisis ditunjukkan oleh tabel 4.8 dan 4.9.

Tabel 4.8 Hasil uji ANOVA

Uji	F	Sig.
ANOVA	1,993	0,165

Tabel 4.9 Hasil uji *post hoc*

Perbandingan	Sig. (Turkey HSD)	Sig. (Bonferroni)
Sampel : sampel+ standar Pb	0,259	0,361
Sampel : sampel + standar Zn	0,982	1,000
Sampel + standar Pb : sampel + standar Zn	0,194	0,260

Nilai signifikansi uji ANOVA $> 0,05$ yang menunjukkan bahwa penambahan larutan standar Pb dan Zn tidak memengaruhi penentuan konsentrasi logam Cu pada metode spektrofotometri serapan atom. Hal ini menunjukkan bahwa penentuan konsentrasi logam Cu dalam sampel dengan atau tanpa larutan standar Pb dan Zn tidak berbeda secara signifikan.

Tabel 4.9 menunjukkan hubungan antara masing – masing perlakuan larutan sampel. Perlakuan 1 adalah larutan sampel, perlakuan 2 adalah larutan sampel dengan penambahan larutan Pb, dan perlakuan 3 adalah larutan sampel dengan penambahan larutan standar Zn. Berdasarkan tabel 4.9 dapat diketahui bahwa hubungan antara setiap larutan sampel dengan atau tanpa penambahan larutan Pb dan Zn tidak berbeda secara signifikan karena nilai signifikansi pada setiap perbandingan $> 0,05$ (Rojihah dkk., 2015). Sehingga dapat ditarik kesimpulan bahwa metode spektrofotometri serapan atom yang digunakan dalam penelitian ini memiliki selektivitas yang baik dan dapat diterima (Utami, 2017).

5.3.5 Uji LoD dan LoQ

Limit deteksi dan limit kuantitasi metode analisis ditentukan dengan sistem MDL (*Method Detection Limit*) sebagai acuan konsentrasi sampel yang akan dibaca secara langsung oleh metode analisis. Berikut data perhitungan limit deteksi dan limit kuantitasi metode analisis yang ditunjukkan pada tabel 4.10.

Tabel 4.10 Hasil perhitungan limit deteksi dan limit kuantitasi

St. deviasi	Limit Deteksi (mg/L)	Limit Kuantitasi (mg/L)
0.001974	0.006205	0.019742

Untuk membuktikan limit deteksi dan limit kuantitasi metode analisis yang sesungguhnya, maka dilakukan pengujian secara langsung dengan melakukan pembacaan absorbansi sampel pada konsentrasi sekitar limit deteksi dan limit kuantitasi hasil perhitungan. Berikut adalah hasil penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi metode analisis yang sebenarnya ditunjukkan pada tabel 4.11

Tabel 4.11 Hasil uji limit deteksi

Konsentrasi Sampel Perhitungan (mg/L)	Rerata Absorbansi	Konsentrasi Sampel Sesungguhnya (mg/L)	% RSD (%)
0,006207	0,0018	0,0067	40,96
0,006201	0,0018	0,0061	48,8
0,006198	0,0003	-	30,5
0,006195	-0,0004	-	21,4

Tabel 4.12 Hasil uji limit kuantitasi

Konsentrasi Sampel Perhitungan (mg/L)	Rerata Absorbansi	Konsentrasi Sampel Sesungguhnya (mg/L)	% RSD (%)
0,0287	0,0043	0,0294	5,67
0,0286	0,0041	0,0274	6,06
0,0285	0,003	0,0171	25.02

Berdasarkan tabel di atas, dapat diketahui bahwa limit deteksi metode analisis adalah 0,0061 mg/L dengan nilai RSD sebesar 48,80423% sedangkan limit kuantitasi metode analisis adalah 0,0274 mg/L dengan nilai RSD sebesar 6,055911%. Nilai RSD pada limit kuantitasi memenuhi persyaratan nilai RSD \leq 20% untuk sampel dengan konsentrasi di bawah 0,1% (*Australian Pesticides and Veterinary Medicines*, 2004) sehingga pada penentuan limit kuantitasi metode analisis memiliki presisi yang baik.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian di atas, dapat disimpulkan bahwa:

1. Ketujuh merk rokok kretek yang digunakan sebagai sampel penelitian positif mengandung logam Cu dengan konsentrasi sampel A 0,0187 mg/batang; sampel B 0,01858 mg/batang; sampel C 0,01524 mg/batang; sampel D 0,01835 mg/batang; sampel E 0,01858 mg/batang; sampel F 0,01174 mg/batang; sampel G 0,01489 mg/batang.
2. Berdasarkan hasil validasi metode analisis, didapatkan nilai akurasi 93,90 – 104,33%; presisi 0,686%; linieritas 0,9996; selektivitas yang dapat diterima; limit deteksi 0,0061 mg/L dan limit kuantitasi 0,0274 mg/L.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dan penentuan persyaratan kandungan logam dalam rokok kretek yang beredar di pasaran.

DAFTAR PUSTAKA

- Aditama, T. Y., 1995. Rokok Masalah Dunia. *Jurnal Kedokteran dan Farmasi*, XXI(9), pp. 70-80.
- Alamsyah, R., 2009. *Faktor-faktor yang Mempengaruhi Kebiasaan Merokok dan Hubungannya Dengan Status Penyakit Periodental Remaja di Kota Medan Tahun 2007*, Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Angelova, M., Asenova, S., Nedkova, V. & Kolarova, R. K., 2011. Copper In The Human Organism. *Trakia Journals of Sciences*, pp. 88-98.
- Asriani, 2017. *Identifikasi Logam Tembaga (Cu) Pada Zonasi Radius 1-5 Km Tempat Pembuangan Akhir (TPA) Antang Makassar Terhadap Pengaruh Kualitas Air Sumur Gali*, Makassar: Universitas Islam Negeri Alauddin.
- Australian Pesticides and Veterinary Medicines. (2004). *Guideline For The Validation of Analytical Methods For Active Constituent, Agricultural and Veterinary Chemical Products*. APVMA, 3-7.
- Eneji, I. S., Salawu, O. W. & Sha'ato, R., 2013. Analysis of Heavy Metals in Selected Cigarettes and Tobacco Leaves in Benue State Nigeria. *Journal of Science* , III(1), pp. 244-247.
- Gandjar, G. & Rohman, A., 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gary, C. D., 1994. *Analytical Chemistry (5th edition)*. New York: Jhon Wiley and Sons Inc.
- Greenberg, A. E., 1992. *Standard Method for Examination of Water and Wastewater Analysis* , Washington DC: APHA AWA WEF.
- Hadi, A., 2014. *Penentuan Akurasi Melalui Uji Perolehan Kembali (Recovery Test, %R)*. [Online]. Available at <http://www.infolabling.com/2014/03/penentuan-akurasimelalui-uji-perolehan.html>. [Accessed 21 Juni 2018].
- Hanusz, M., 2000. *Kretek The Culture and Heritage of Indonesia's Clove Cigarettes*. Jakarta: Equinox Publishing.
- Harmita, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian*, I(3).
- Heryani, R., 2014. *Kumpulan Undang-Undang dan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Khusus Kesehatan*. Jakarta: CV. Trans Info Media.
- Hidayati, E. N., Alauhdin, M. & Prasetya, A. T., 2014. Perbandingan Metode Destruksi Pada Analisis Pb Dalam Rambut Dengan AAS. *Chemical Science*, pp. 37-40

- KBBI Online*. [Online]. Available at: <http://kbbi.web.id> [Accessed 18 Maret 2018].
- Jainuri, M., 2013. *Uji Persyaratan Analisis Data Dengan SPSS*. [Online]. Available at: http://bolehsaja.net/wp-content/uploads/2015/09/P6_Uji-Persyaratan-Analisis-Data-di-IBM-SPSS-21.pdf.. [Accessed 2 Juli 2013].
- Joseph, V., 2016. Pengaruh Rokok Kretek Terhadap Fungsi Vertikel Kanan. *Ilmu Penyakit Jantung dan Pembuluh Darah Fakultas Kedokteran*, pp. 23-25.
- Junaidi, 2010. *Titik Persentase Distribusi t (d.f = 1 - 200)*. [Online] Available at: <http://junaidichaniago.wordpress.com> [Accessed 5 Juli 2018].
- Kantasubrata, J., 2008. *Validasi Metode*. Bandung: Pusat Penelitian LIPI.
- Kundari, N. A. & Wiyuniati, S., 2008. *Tinjauan Kesetimbangan Adsorpsi Tembaga Dalam Limbah Pencuci PCB Dengan Zeolit*. Yogyakarta, s.n.
- Mulyono, D., 1995. Merokok dan Penyakit Kardiovaskuler. *Jurnal Kedokteran dan Farmasi*, Volume IX.
- Nururrahmah, 2014. *Pengaruh Rokok Terhadap Kesehatan dan Pembentukan Karakter Manusia*. Palopo, Universitas Cokroaminoto, pp. 78-83.
- Oktavia, E., 2006. Teknik Validasi Metode Analisis Kadar Ketoprofen Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Buletin Teknik Pertanian*, pp. 23-37.
- Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 109 Tahun 2012 Tentang Pengamanan Bahan Yang Mengandung Zat Adiktif Berupa Produk Tembakau Bagi Kesehatan.
- Pourkhabbaz, A. & Poukhabbaz, H., 2012. Investigation of Toxic Metals in The Tobacco of Different Iranian Cigarette Brands and Related Health Issues. *Iranian Journal of Basic Medical Sciences*, I(15), pp. 636-644.
- Riyanto, 2014. *Validasi dan Verifikasi*. Yogyakarta: Deepulish.
- Rojihah, Akhrani, L. A. & Hasanah, N., 2015. Perbedaan Political Awareness Dilihat Dari Peran Gender Pemilih Pemula. *Mediapsi*, pp. 59-66.
- Sa'adah, Eva, dan Ari Surya Winata. (2010). Validasi metode pengujian logam tembaga pada produk air minum dalam kemasan secara spektrofotometri serapan atom nyala. *BIOPROPAL INDUSTRI* 01 (02): 31–37.
- Sebiawu, G. E., Mensah, N. J. & Ayiah, M. F., 2014. Analysis Heavy Metals Content of Tobacco and Cigarettes Sold in Wa Municipality of Upper West Region Ghana. *Chemical and Process Engineering Research* 25, pp. 24-33.
- Soetiarto, F., 1995. Mengenal Lebih Jauh Rokok Kretek. *Media Litbangkes*, p. 31.
- The ASEAN Tobacco Control Report, 2015. *Vietnam Steering Committee on Smoking and Health (VINACOSH) and Southeast Asia Tobacco Control Alliance (SEATCA)*, Indonesia: SEATCA.

- Utami, R. L., 2017. *Komparasi Metode Spektrofotometri Visibel dan Spektrofotometri Serapan Atom Pada Analisis Kation Timbal (Pb) di Limbah Cair Laboratorium Universitas Setia Budi Surakarta Berdasarkan Parameter Validasi*, Surakarta: Universitas Setia Budi.
- Vandecasteele, C. & Block, C. B., 1993. *Modern Method for Trace Element Determination*. Inggris: John Wiley and Sons.
- Vincent, A. O., Steven, O.A., Felix, E., Ize-Iyamu, O.K., Veronica, A.A., Jato, O.E., Benedict, O.E., Patrick, O., Kehinde, A.J., Mathew, O., Medjor, W.O, 2011. A Comparative and Toxicity Assesment of Heavy Metals in Commonly Smoked Cigarette Brands and Local Tobacco Snuff Purchased and Consumed in Nigeria. *Research Journal of Environmental Toxicogoly*, V(6), pp. 359-368.
- Welz, B. & Michael, S., 2005. *Atomic Absorption Spectrometry*. New York: WILEY-CCH.
- Widowati, W., 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: Penerbit Andi.
- Windri, R. E., 2011. *Analisa Kandungan Cu (II) Dengan SSA dan Ion Sulfat Dengan Spektrofotometer Sinar Tampak Pada Air Baku dan Air Minum Isi Ulang di Kota Pekanbaru*, Pekanbaru: Universitas Islam Negeri Sultan Syarif Kasim Riau.
- Wiscosin Department of Natural Resources Laboratory Certification Program. (1996). *Analytical Detection Limit Guidance and Laboratory for Determining Method Detection Limits*. PUBL-TS-056-96.
- Wisudyaningih, B., 2012. Validasi Metode Spektrofotometri Ofloksasin Dalam Larutan Dapar Fosfat. *Stomatognatic*, pp. 77-81.

L

A

M

P

I

R

A

N

Lampiran 1. Pembuatan Larutan

1. Larutan HNO₃ 10% sebanyak 1000 mL

$$(V \times C) \text{ HNO}_3 \text{ pekat} = (V \times C) \text{ HNO}_3 \text{ 10\%}$$

$$V \times 60\% = 1000 \text{ mL} \times 10\%$$

$$V \text{ HNO}_3 \text{ pekat} = 166,67 \text{ mL}$$

Cara pembuatan = sebanyak 166,67 mL larutan HNO₃ pekat dimasukkan ke dalam labu takar 1000 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tanda batas dan dihomogenkan.

2. Larutan Cu standar 10 mg/L sebanyak 50 mL

$$(V \times C) \text{ Cu 1000 mg/L} = (V \times C) \text{ Cu 10 mg/L}$$

$$V \times 1000 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}$$

$$V \text{ larutan Cu 1000 mg/L} = 0,5 \text{ mL}$$

Cara pembuatan = sebanyak 0,5 mL larutan standar Cu 1000 mg/L dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditambahkan aquabidest sampai tanda batas dan dihomogenkan.

Lampiran 2. Perhitungan kadar logam Cu (tembaga) dalam sampel

1. Data pengukuran absorbansi sampel

Sampel	Absorbansi
A	0,0174
	0,0173
	0,0173
Rerata absorbansi	0,0173
B	0,0171
	0,0172
	0,0172
Rerata absorbansi	0,0172
C	0,0142
	0,0145
	0,0141
Rerata absorbansi	0,0143
D	0,0173
	0,0172
	0,0166
Rerata absorbansi	0,017
E	0,0169
	0,0172
	0,0174
Rerata absorbansi	0,0172
F	0,0126
	0,0128
	0,0126
Rerata absorbansi	0,0127
G	0,0138
	0,0139
	0,0144
Rerata absorbansi	0,014

2. Perhitungan Kadar Cu dalam sampel

Persamaan standar $Y = 0,1083X + 0,0011$

a. Sampel A

Absorbansi = 0,0173

Pengenceran = 10 kali

Kadar logam Cu =

$Y = 0,1083X + 0,0011$

$0,0173 = 0,1083X + 0,0011$

$$0,1083X = 0,0173 - 0,0011$$

$$X = 0,1496 \text{ mg/L}$$

Kadar Cu dalam sampel sebelum pengenceran

$(V \times C)$ sebelum pengenceran = $(V \times C)$ sesudah pengenceran

$$1 \text{ mL} \times C = 10 \text{ mL} \times 0,1496 \text{ mg/L}$$

$$C \text{ sebelum pengenceran} = 1,496 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Cu/batang rokok kretek} = \frac{1,496 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{4} = 0,0187 \text{ mg/batang}$$

b. Sampel B

$$\text{Absorbansi} = 0,0172$$

Pengenceran = 10 kali

Kadar logam Cu =

$$Y = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,0172 = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,1083X = 0,0172 - 0,0011$$

$$X = 0,1487 \text{ mg/L}$$

Kadar Cu dalam sampel sebelum pengenceran

$(V \times C)$ sebelum pengenceran = $(V \times C)$ sesudah pengenceran

$$1 \text{ mL} \times C = 10 \text{ mL} \times 0,1487 \text{ mg/L}$$

$$C \text{ sebelum pengenceran} = 1,487 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Cu/batang rokok kretek} = \frac{1,487 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{4} = 0,0186 \text{ mg/batang}$$

c. Sampel C

$$\text{Absorbansi} = 0,0143$$

Pengenceran = 10 kali

Kadar logam Cu =

$$Y = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,0143 = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,1083X = 0,0143 - 0,0011$$

$$X = 0,1219 \text{ mg/L}$$

Kadar Cu dalam sampel sebelum pengenceran

(V x C) sebelum pengenceran = (V x C) sesudah pengenceran

$$1 \text{ mL} \times C = 10 \text{ mL} \times 0,1219 \text{ mg/L}$$

$$C \text{ sebelum pengenceran} = 1,219 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Cu/batang rokok kretek} = \frac{1,219 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{4} = 0,0152 \text{ mg/batang}$$

d. Sampel D

$$\text{Absorbansi} = 0,017$$

Pengenceran = 10 kali

Kadar logam Cu =

$$Y = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,017 = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,1083X = 0,017 - 0,0011$$

$$X = 0,1468 \text{ mg/L}$$

Kadar Cu dalam sampel sebelum pengenceran

(V x C) sebelum pengenceran = (V x C) sesudah pengenceran

$$1 \text{ mL} \times C = 10 \text{ mL} \times 0,1468 \text{ mg/L}$$

$$C \text{ sebelum pengenceran} = 1,468 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Cu/batang rokok kretek} = \frac{1,468 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{4} = 0,0184 \text{ mg/batang}$$

e. Sampel E

$$\text{Absorbansi} = 0,0172$$

$$\text{Pengenceran} = 10 \text{ kali}$$

Kadar logam Cu =

$$Y = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,0172 = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,1083X = 0,0172 - 0,0011$$

$$X = 0,1487 \text{ mg/L}$$

Kadar Cu dalam sampel sebelum pengenceran

$$(V \times C) \text{ sebelum pengenceran} = (V \times C) \text{ sesudah pengenceran}$$

$$1 \text{ mL} \times C = 10 \text{ mL} \times 0,1487 \text{ mg/L}$$

$$C \text{ sebelum pengenceran} = 1,487 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Cu/batang rokok kretek} = \frac{1,487 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{4} = 0,0186 \text{ mg/batang}$$

f. Sampel F

$$\text{Absorbansi} = 0,0113$$

$$\text{Pengenceran} = 10 \text{ kali}$$

Kadar logam Cu =

$$Y = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,0113 = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,1083X = 0,0113 - 0,0011$$

$$X = 0,0939 \text{ mg/L}$$

Kadar Cu dalam sampel sebelum pengenceran

$$(V \times C) \text{ sebelum pengenceran} = (V \times C) \text{ sesudah pengenceran}$$

$$1 \text{ mL} \times C = 10 \text{ mL} \times 0,0939 \text{ mg/L}$$

C sebelum pengenceran = 0,939 mg/L

$$\text{Kadar Cu/batang rokok kretek} = \frac{0,939 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{4} = 0,0117 \text{ mg/batang}$$

g. Sampel G

Absorbansi = 0,014

Pengenceran = 10 kali

Kadar logam Cu =

$$Y = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,014 = 0,1083X + 0,0011$$

$$0,1083X = 0,014 - 0,0011$$

$$X = 0,1191 \text{ mg/L}$$

Kadar Cu dalam sampel sebelum pengenceran

(V x C) sebelum pengenceran = (V x C) sesudah pengenceran

$$1 \text{ mL} \times C = 10 \text{ mL} \times 0,1191 \text{ mg/L}$$

$$C \text{ sebelum pengenceran} = 1,191 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Cu/batang rokok kretek} = \frac{1,191 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 0,05 \text{ L}}{4} = 0,0149 \text{ mg/batang}$$

Lampiran 3. Validasi metode uji

a. Akurasi

Konsentrasi sampel E2 = 0,1243 mg/L

1) Konsentrasi larutan spike =

$$C_{target}(2 \times C_{sampel}) = \frac{(C_{sampel} \cdot V_{sampel}) + (C_{spike} \cdot V_{spike})}{V_{total}}$$

$$2 \times 0,1243 \text{ mg/L} = \frac{(0,1243 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 9,9 \text{ mL}) + (C_{spike} \cdot 0,1 \text{ mL})}{10 \text{ mL}}$$

$$0,2486 \text{ mg/L} = \frac{(1,2306 \text{ mg}) + (C_{spike} \cdot 0,1 \text{ mL})}{10 \text{ mL}}$$

$$2,486 - 1,2306 = 0,1 C_{spike}$$

$$C_{spike} = \frac{1,018}{0,1} = 10,18 \text{ mg/L}$$

(konsentrasi larutan spike yang dibuat 10 mg/L)

2) Data konsentrasi larutan dalam penentuan akurasi

Nama Larutan	absorbansi	Konsentrasi (substitusi absorbansi dengan persamaan standar)
Larutan Spike	0,9578	8,8504 mg/L Maka konsentrasi spike dalam 10 ml = 0,88504 mg/L
	0,9646	
	0,9565	
	Rerata Abs = 0,9596	
Larutan sampel	0,0174	0,1505 mg/L
	0,0169	
	0,0179	
	Rerata Abs = 0,0174	
Larutan sampel + spike	0,0264	0,2336 mg/L 0,2382 mg/L 0,241 mg/L
	0,0269	
	0,0272	

Perhitungan %Recovery (%R)

$$\%R = \frac{(C_{sp} + spike) - (C_{sp})}{(C_{spike})} \times 100\%$$

$$1) \%R = \frac{0,2336 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,1505 \text{ mg/L}}{0,88504 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

$$\%R = 93,9\%$$

$$2) \%R = \frac{0,2382 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,1505 \text{mg/L}}{0,88504 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

$$\%R = 104,33\%$$

$$3) \%R = \frac{0,241 \frac{\text{mg}}{\text{L}} - 0,1505 \text{mg/L}}{0,88504 \text{ mg/L}} \times 100\%$$

$$\%R = 97,03\%$$

b. Presisi

Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
0,0325	0,289935
0,0323	0,288089
0,0325	0,289935
0,0323	0,288089
0,0321	0,286242
0,0323	0,288089
0,0319	0,284395
Rerata	0,287825
St. deviasi	0,001974

$$RSD = \frac{st.deviasi}{C\ rerata} \times 100\%$$

$$RSD = \frac{0,001974}{0,287825} \times 100\%$$

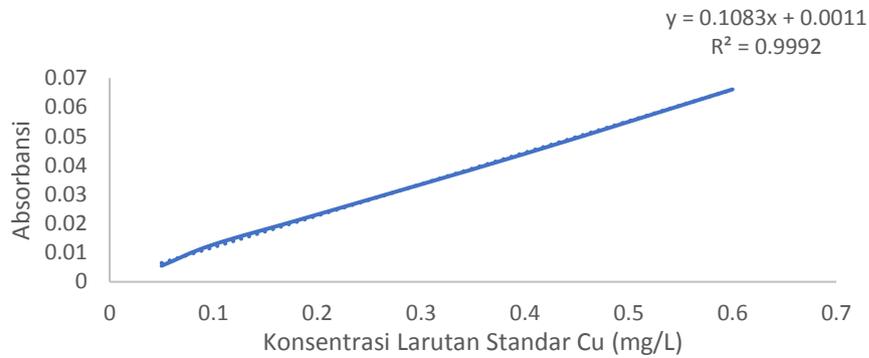
$$RSD = 0,6859\%$$

c. Linieritas

- 1) Data absorbansi dan konsentrasi larutan standar Cu

Konsentrasi (x)	Absorbansi (y)
0,05 mg/L	0,0055
0,1 mg/L	0,0128
0,2 mg/L	0,0231
0,4 mg/L	0,044
0,6 mg/L	0,0661

2) Kurva standar



d. Selektivitas

1) Data konsentrasi larutan sampel

Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
0,0169	0,1459
0,0169	0,1459
0,0171	0,1477
0,0171	0,1477
0,0171	0,1477
0,0171	0,1477
0,0174	0,1505

2) Data konsentrasi larutan sampel + standar Pb

Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
0,017	0,1468
0,017	0,1468
0,0171	0,1477
0,0173	0,1496
0,0173	0,1496
0,0174	0,1505
0,0174	0,1505

3) ata konsentasi larutan sampel + standar Zn

Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)
0,017	0,1468
0,017	0,1468
0,017	0,1468
0,0171	0,1477
0,0171	0,1477
0,0171	0,1477
0,0172	0,1487

4) Hasil output uji homogenitas (SPSS)

konsentrasi

perlakuan	N	Subset for alpha = 0.05
		1
Tukey HSD ^a	3.00	.1475
	1.00	.1476
	2.00	.1488
Sig.		.194

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 7.000.

5) Hasil output uji normalitas (SPSS)

Descriptive Statistics

	N	Mean	Std. Deviation	Minimum	Maximum
konsentrasi	21	.1480	.00143	.15	.15

One-Sample Kolmogorov-Smirnov Test

		konsentrasi
N		21
Normal Parameters ^{a, b}	Mean	.1480
	Std. Deviation	.00143
Most Extreme Differences	Absolute	.275
	Positive	.275
	Negative	-.116
Kolmogorov-Smirnov Z		1.262
Asymp. Sig. (2-tailed)		.083

a. Test distribution is Normal.

b. Calculated from data.

6) Hasil output uji One way-ANOVA

ANOVA

konsentrasi					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.000	2	.000	1.993	.165
Within Groups	.000	18	.000		
Total	.000	20			

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: konsentrasi							
	(i) perlakuan	(j) perlakuan	Mean Difference (i-j)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	1.00	2.00	-.00119	.00073	.259	-.0030	.0007
		3.00	.00013	.00073	.982	-.0017	.0020
	2.00	1.00	.00119	.00073	.259	-.0007	.0030
		3.00	-.00132	.00073	.194	-.0005	.0032
	3.00	1.00	-.00013	.00073	.982	-.0020	.0017
		2.00	-.00132	.00073	.194	-.0032	.0005
Bonferroni	1.00	2.00	-.00119	.00073	.361	-.0031	.0007
		3.00	.00013	.00073	1.000	-.0018	.0021
	2.00	1.00	.00119	.00073	.361	-.0007	.0031
		3.00	-.00132	.00073	.260	-.0006	.0032
	3.00	1.00	-.00013	.00073	1.000	-.0021	.0018
		2.00	-.00132	.00073	.260	-.0032	.0006

e. Limit deteksi (LoD) dan limit kuantitasi (LoQ)

- Perhitungan nilai LoD dan LoQ menggunakan metode MDL (Method Detection Limit)

Standar deviasi (uji presisi) = 0,001974

$$\begin{aligned} \text{LoD} &= t\text{-value} \times \text{st. deviasi} \\ &= 3,143 \times 0,001974 \\ &= 0,0062 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LoQ} &= 10 \times \text{st. deviasi} \\ &= 10 \times 0,001974 \\ &= 0,0197 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

2) Penentuan LoD dan LoQ sebenarnya

a) LoD

Konsentrasi sampel Teoritis (mg/L)	Absorbansi	Konsentrasi Sampel Sesungguhnya (mg/L)	Standar deviasi	% RSD (%)
0,006207	0,0014	0,0028	0,003	40,96
	0,002	0,0083		
	0,002	0,0083		
	0,0022	0,0102		
	0,002	0,0083		
	0,0015	0,0037		
	0,0017	0,0055		
	Rerata = 0,0018	Rerata = 0,0067		
0,006201	0,0022	0,0102	0,003	48,8
	0,0019	0,0074		
	0,0019	0,0074		
	0,002	0,0083		
	0,0015	0,0037		
	0,0014	0,0028		
	0,0014	0,0028		
	Rerata = 0,0018	Rerata = 0,0061		
0,006195	0,000	-0,0101	0,0024	30,5
	0,0006	-0,0046		
	0,0004	-0,0065		
	0,0003	-0,0074		
	0,0005	-0,0055		
	0,0000	-0,0102		
	0,0000	-0,0102		
	Rerata = 0,0003	Rerata = -0,0078		
0,006198	-0,0009	-0,0185	0,003	21,4
	-0,0002	-0,012		
	-0,0007	-0,0166		
	-0,0001	-0,011		
	-0,0002	-0,012		
	-0,0001	-0,011		
	-0,0005	-0,0148		
	Rerata = -0,0004	Rerata = -0,0137		

b) LoQ

Konsentrasi sampel Teoritis (mg/L)	Absorbansi	Konsentrasi Sampel Sesungguhnya (mg/L)	Standar deviasi	% RSD (%)
0,0287	0,004	0,0268	0,0017	5,67
	0,0043	0,0295		
	0,0043	0,0295		
	0,0045	0,0313		
	0,0041	0,0277		
	0,0044	0,0305		
	0,0045	0,0314		
	0,0042	0,0286		
0,0286	Rerata = 0,0043	Rerata = 0,0294	0,0017	6,06
	0,0044	0,0305		
	0,0041	0,0277		
	0,004	0,0268		
	0,004	0,0268		
	0,0041	0,0277		
	0,0038	0,0249		
	0,0041	0,0277		
0,0285	Rerata = 0,0041	Rerata = 0,0274	0,0043	25.02
	0,0037	0,024		
	0,0034	0,0213		
	0,0024	0,012		
	0,003	0,0175		
	0,003	0,0175		
	0,0029	0,0166		
	0,0023	0,0111		
	0,0029	0,0166		
	Rerata = 0,003	Rerata = 0,0171		

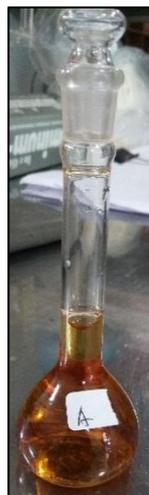
Lampiran 4. Gambar proses penentuan kadar logam Cu dalam sampel rokok kretek



Proses perendaman sampel dengan larutan HNO3 10%



Proses penyaringan rendaman sampel



Larutan sampel A
hasil pengenceran



Larutan sampel B
hasil pengenceran



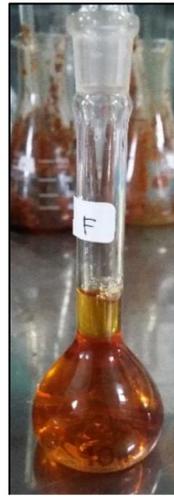
Larutan sampel C
hasil pengenceran



Larutan sampel D
hasil pengenceran



Larutan sampel E
hasil pengenceran



Larutan sampel F
hasil pengenceran



Larutan sampel G
hasil pengenceran



Spektrofotometer Serapan Atom



Pembacaan absorbansi
larutan sampel

Lampiran 5. Gambar pengujian validasi metode



Larutan sampel untuk uji akurasi



Larutan sampel untuk uji presisi



Deret larutan standar Cu untuk uji linieritas



Larutan sampel untuk uji selektivitas



Larutan sampel untuk uji limit deteksi



Larutan sampel untuk uji limit kuantitasi