

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Preparasi sampel

Ikan sapu-sapu (*Hypostomus plecostomus*) merupakan salah satu jenis ikan yang mampu hidup di perairan tercemar, spesies ini mempunyai kelimpahan yang tinggi pada sungai-sungai dengan kadar pH 6,2 – 8,3 dan pada sungai-sungai yang tercemar logam berat seperti tembaga (Cu), Kadmium (Cd), dan Timbal (Pb). Makanan utama ikan ini adalah alga dan endapan sungai dengan cara menghisap makanan.

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui konsentrasi logam berat timbal (Pb) yang terdapat pada daging ikan sapu-sapu dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom dan membandingkan dengan baku mutu Berdasarkan SNI 2729:2013 tentang batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan, batas maksimum kandungan logam timbal (Pb) pada ikan adalah sebesar 0,3 mg/L.

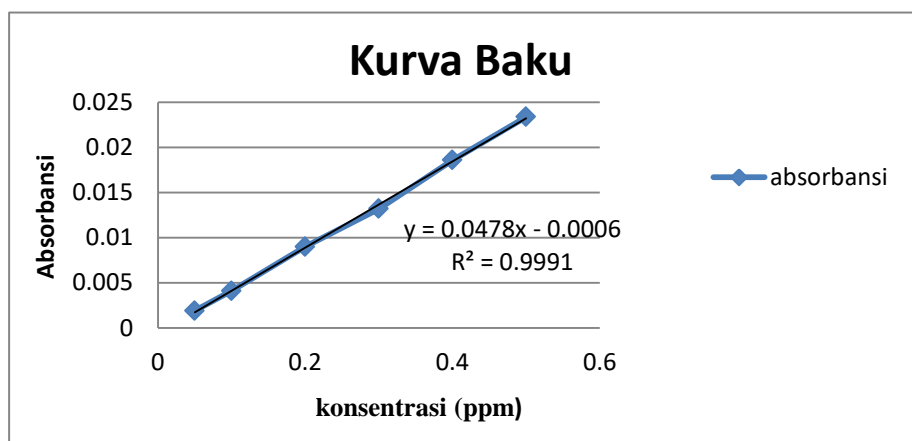
Kandungan logam berat timbal (Pb) yang terdapat dalam daging ikan sapu-sapu dapat diketahui dengan dilakukan destruksi terlebih dahulu supaya ikatan unsur logam dengan matriks sampel terpisah dan diperoleh logam dalam bentuk bebas sehingga dapat dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom. Destruksi sampel dilakukan dengan metode destruksi basah yaitu dalam suasana asam menggunakan asam nitrat dan hidrogen peroksida, hal ini dikarenakan dalam keadaan panas asam nitrat 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. Penggunaan hidrogen peroksida berfungsi sebagai ragen pereduksi (oksidator) (Murtini dkk. 2009).

B. Analisis Kadar Sampel

1. Penentuan kurva kalibrasi

Kurva di buat dengan cara menghubungkan nilai serapan yang dihasilkan oleh sedikitnya lima konsentrasi larutan baku yang berbeda. Penentuan kurva kalibrasi pada percobaan ini menggunakan 6 konsentrasi larutan baku timbal 0,05 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,3 ppm; 0,4 ppm; dan 0,5 ppm diukur serapannya dengan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 217 nm.



Gambar 1. Kurva Baku Logam Berat Timbal (Pb)

Berdasarkan Gambar hasil kurva kalibrasi dari pembacaan serapan didapatkan persamaan, $a=0,0478$; $b=0,0006$; $R^2=0,9991$, oleh karena itu dapat disimpulkan bahwa metode analisis memiliki nilai Linearitas yang baik. Kurva

kalibrasi harus linier yang ditunjukkan dengan nilai R² mendekati 1. Jika kurva kalibrasi tidak linear maka kesalahan hasil dalam analisis semakin besar.

2. Uji kualitatif

Uji kualitatif untuk menganalisis logam berat timbal (Pb) dapat dilakukan dengan menggunakan reagen dan spektrofotometri serapan atom.

Tabel 1. Hasil Uji Kualitatif Timbal (Pb)

Hasil uji			
No	Metode	Sampel	Standar
1	Pereaksi KCN + larutan ditizon 0,005 %	Larutan merah	Larutan merah
2	KI	Endapan kuning	Endapan kuning
3	Na ₂ CO ₃	Endapan putih	Endapan putih

Dari hasil uji menggunakan reagen sampel dengan uji ditizon sampel positif logam timbal (Pb). Kedua sampel positif terdapat logam timbal (Pb) setelah ditambahkan serbuk KI karena terbentuk endapan kuning. Ketiga sampel positif logam timbal (Pb) karena terbentuk endapan putih setelah ditambahkan serbuk Na₂CO₃. Berdasarkan hasil uji kualitatif tersebut, sampel dinyatakan positif mengandung logam berat timbal.

Tabel 2. Hasil Uji Kualitatif Timbal (Pb)

No	Spektrofotometri serapan atom	Absorbansi sampel
1	Sampel 1	0,0012
2	Sampel 2	0,0005

Dari hasil uji kualitatif dengan spektrofotometri serapan atom sampel 1 dan sampel 2 positif mengandung logam timbal (Pb) karena dalam pengukuran sampel memberikan nilai serapan pada panjang gelombang 217.

3. Penentuan kadar sampel

Nilai kadar logam berat Pb rata-rata pada ikan sapu-sapu sampel 1 sebesar 0,6863 mg/kg dan sampel 2 sebesar 0,4972 mg/kg. Pembacaan masing-masing

sampel dilakukan sebanyak tiga kali. Kadar yang diperoleh tersebut telah melebihi ambang batas maksimal menurut syarat yang tercantum dalam SNI 2729:2013 batas maksimal cemaran logam berat timbal (Pb) pada ikan sebesar 0,3 mg/kg, hal ini menunjukkan kandungan logam berat Pb dalam sampel ikan sapu-sapu melebihi ambang batas aman untuk dikonsumsi manusia. Data hasil perhitungan dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Kadar Logam Timbal (Pb)

No	Sampel 1	Kadar (mg/kg)	Rata-rata kadar (mg/kg)
1	Replikasi 1	0,7037	0,6863
2	Replikasi 2	0,6510	
3	Replikasi 3	0,7043	
No	Sampel 2	Kadar (mg/kg)	Rata-rata kadar (mg/kg)
1	Replikasi 1	0,4975	0,4972
2	Replikasi 2	0,5497	
3	Replikasi 3	0,4444	

Beberapa faktor kenapa ikan sapu-sapu melebihi ambang batas cemaran timbal yang ditentukan sesuai SNI 2729:2013, antara lain pembuangan limbah industri disekitar aliran sungai Bengawan Solo yang pengelolaanya kurang diperhatikan, penggunaan pestisida yang berlebihan dalam pertanian, limbah rumah tangga.

Dilakukan uji dengan SPPS menggunakan metode nonparametrik karena pada saat menggunakan uji ANOVA diperoleh nilai signifikansi pada uji One Sample Kolmogorov Smirnov $0,964 > 0,05$ (H_0 diterima), sehingga memenuhi syarat terdistribusi normal, sedangkan pada Lavene test nilai signifikansi $0,562 > 0,05$, sehingga memenuhi persyaratan homegenitasnya. Hasil data uji ANOVA menunjukkan nilai F hitung 28,937 dengan nilai signifikansi $0,006 < 0,05$ sehingga sampel berbeda secara signifikan.

4. Validasi metode

Tingkat validitas suatu metode dapat dilakukan dengan beberapa pengujian parameter validasi metode yang meliputi akurasi, presisi, Linearitas, dan selektivitas. Validasi terhadap suatu metode analisis yang telah dibuktikan validitasnya maka hasil pengukurannya bisa dipertanggungjawabkan dan dipergunakan sebagai landasan dalam perhitungan berikutnya (Sugihartini *et al*, 2014).

4.1 Linearitas. Penentuan Linearitas pada percobaan ini sama dengan pembuatan kurva baku menggunakan 6 konsentrasi yang berbeda 0,05 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,3 ppm; 0,4 ppm; dan 0,5 ppm. Pada kurva baku timbal (Pb), dimana sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi. Didapat nilai a atau intercept sebesar -0,0006, nilai b atau slope sebesar 0,0478 x, sedangkan nilai R sebesar 0,9995 dan nilai R² sebesar 0,9991. Kurva kalibrasi harus linear dengan nilai R² yang mendekati 1, sehingga dapat dikatakan bahwa metode analisis yang digunakan memiliki nilai linearitas yang baik (Riyanto, 2014).

4.2 Akurasi. Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi untuk mengetahui keakuratan suatu metode pengukuran yang digunakan dalam analisis tertentu. Untuk mengetahui adanya kadar logam yang hilang saat proses destruksi. Nilai recovery didapat dengan membuat larutan standar dengan tiga konsentrasi berbeda yaitu 0,1; 0,3; dan 0,5 ppm. Akurasi yang baik memiliki nilai kembali (*recovery*) diantara 80 %

- 120 %. Data hasil perhitungan *Recovery* dapat dilihat pada tabel 4 menunjukkan kisaran nilai *recovery* 93,4449 % - 110,8787 % sehingga data yang didapatkan memenuhi persyaratan nilai *recovery* yaitu 80 % - 120 %.

Tabel 4. Data Hasil Perhitungan nilai *Recovery*

Kadar Diketahui (ppm)	Kadar Terhitung (ppm)	<i>Recovery</i> (%)	Rata-Rata	Rata-Rata <i>Recovery</i>
0,1	0,1109	110,8787		
0,1	0,1025	102,5105	106,6946	
0,1	0,1067	106,6946		
0,3	0,2803	93,4449		
0,3	0,2845	94,8396	94,8396	99,8140
0,3	0,2887	96,2343		
0,5	0,4895	97,9079		
0,5	0,4895	97,9079	97,9079	
0,5	0,4895	97,9079		

4.3 Presisi. Presisi dihitung dengan menggunakan koefisien varian.

Koefisien varian dihitung dengan cara membagi nilai simpangan baku dengan nilai rata-rata konsentrasi. Nilai presisi yang baik bila simpangan baku relatif (RSD) atau Koefisiens varians (CV) yang tidak lebih dari 2 %. Data hasil perhitungan presisi dapat dilihat pada tabel 5.

Tabel 5. Data Hasil Perhitungan nilai Presisi

Replikasi	Absorbansi (X)	Konsentrasi (ppm)	Rata-rata (Xr)	$ Xr - X 2$	SD	CV (%)
1	0,0091	0,2029		0,00000016		
2	0,0091	0,2029		0,00000016		
3	0,0090	0,2008		0,00000289		
4	0,0094	0,2092		0,00004489		
5	0,0091	0,2029		0,00000016		
6	0,0092	0,2050	0,2025	0,00000625	0,0031	1,5245
7	0,0091	0,2029		0,00000016		
8	0,0089	0,1987		0,00001444		
9	0,0089	0,1987		0,00001444		
10	0,0090	0,2008		0,00000289		
				$\Sigma=0,00008644$		

Berdasarkan hasil perhitungan diatas didapatkan nilai koefisiens varians sebesar 1,5245 %, sehingga dapat dinyatakan bahwa metode yang digunakan memiliki presisi yang baik karena nilai koefisiens varians tidak lebih dari 2 %..

4.4 LOD dan LOQ. Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi, sedangkan batas kuantitasi merupakan parameter terhadap analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil. Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi.

Tabel 6. Data Hasil Perhitungan LOD dan LOQ

ppm (X)	Abs (Y)	Y1	Y – Y1 2	SD	LOD	LOQ
0,05	0,0019	0,0018	1 x 10-8			
0,1	0,0041	0,0042	1 x 10-8			
0,2	0,0090	0,0090	0			
0,3	0,0132	0,0137	2,5 x 10-7	0,0003	0,0207	0,0628
0,4	0,0186	0,0185	1 x 10-8			
0,5	0,0234	0,0233	1 x 10-8			
			$\Sigma=2,9 \times 10^{-7}$			

Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa batas deteksi kuantitasi timbal lebih rendah dari konsentrasi terendah yang digunakan untuk kurva kalibrasi yaitu 0,05 mg/L, dengan demikian persyaratan uji sensitivitas terpenuhi karena pada setiap konsentrasi pengukuran, respon yang diberikan masih signifikan dan memberikan hasil yang tergolong cermat dan seksama.

4.5 Selektivitas. Menurut hasil yang didapatkan metode pengujian dikatakan selektif karena pada uji kualitatif yang dilakukan dengan spektrofotometri serapan atom menunjukkan hasil positif karena adanya nilai serapan yang diberikan oleh lampu katoda timbal.