

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

A. Logam Timbal (Pb)

Timbal merupakan logam berat dengan lambang Pb yang berasal dari bahasa latin yaitu *plumbum*. Timbal merupakan logam nonesensial yang terdapat di alam akibat proses alamiah dan kegiatan manusia seperti pertambangan, pembakaran batu bara, pabrik semen dan digunakan di dalam bensin (Widowati, 2008). Timbal (Pb) adalah logam yang berwarna kebiruan atau abu-abu keperakan, tidak berbau, memiliki titik didih sekitar 1740°C, meleleh pada suhu 328°C, memiliki berat jenis 11,34 serta mudah dibentuk atau lunak dan larut pada air (Sudarwin, 2008).

1. Sifat logam timbal (Pb)

Logam berat timbal bersifat toksik dan berpotensi terakumulasi dalam tubuh ikan, akumulasi ini terjadi karena adanya kontak antara medium yang mengandung logam timbal dengan ikan. Logam timbal (Pb) dapat larut dalam asam nitrat, asam asetat, asam sulfat pekat, sulit larut dalam air, dan bereaksi dengan oksigen di udara membentuk timbal oksida. Timbal mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif sehingga bisa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan (Widowati, 2008). Timbal mempunyai titik lebur rendah dan kerapatan yang lebih besar dibandingkan dengan logam-logam biasa, kecuali emas dan merkuri serta penghantar listrik yang baik (Palar H, 2008). Perlu dilakukan analisis tertentu untuk mengetahui keberadaan timbal pada makanan

atau sampel, salah satu metode yang digunakan adalah spektrofotometri serapan atom, pengukuran timbal diukur dengan lampu katoda timbal (Sembel, 2015).

2. Analisis logam timbal (Pb) secara kualitatif dan kuantitatif

Pencemaran logam timbal pada suatu sampel dapat ditentukan secara uji kualitatif dan uji kuantitatif. Uji kualitatif dilakukan untuk mengetahui adanya cemaran logam timbal dalam suatu sampel dan uji kuantitatif dilakukan untuk mengetahui jumlah cemaran pada suatu sampel.

2.1 Uji kualitatif. Uji kualitatif untuk menganalisis logam berat timbal (Pb) pada sampel dapat dilakukan dengan uji ditizon (Pereaksi KCN + larutan ditizon 0,005 %) larutan sampel menunjukkan hasil positif timbal (Pb) apabila larutan menjadi merah serta dengan penambahan reagen kimiawi seperti serbuk KI dengan terbentuknya endapan kuning sampel positif mengandung timbal dan Na_2CO_3 hasil positif menunjukkan terbentuknya endapan putih dapat juga dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom yaitu dengan adanya nilai serapan yang diperoleh dari lampu katoda timbal. (Hasrat, 2014).

2.2 Uji kuantitatif. Uji kuantitatif untuk menganalisis jumlah kadar logam berat timbal (Pb) pada suatu sampel dapat menggunakan dua metode yaitu dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dan dengan Analisis Aktivasi Neutron (AAN).

2.2.1 Spektrofotometri serapan atom (SSA). Spektrofotometri serapan atom adalah suatu metode yang digunakan untuk mendeteksi atom-atom logam dalam suatu cuplikan yang didasarkan pada proses penyerapan radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Penggunaan

spektrofotometri serapan atom selain bertujuan untuk analisa kualitatif juga dapat digunakan untuk kuantitatif secara akurat, bahkan dengan kecanggihan alat sekarang yang dapat dilengkapi dengan sistem komputer dalam suatu penelitian kinetika reaksi dengan menggunakan reaktor, alat spektrofotometri serapan atom dapat dihubungkan langsung dengan reaktor tersebut sehingga pengamatan konsentrasi logam campuran dapat dideteksi (Sari, 2010).

Konsentrasi suatu unsur yang ditentukan dalam sampel didasarkan pada proses penyerapan radiasi oleh atom-atom yang berada ditingkat energi dasar (*ground state*). Kandungan logam pada sampel dapat diketahui apabila larutan sampel dalam suasana asam, hal ini dilakukan dengan cara destruksi. Destruksi sampel dapat dilakukan dengan cara destruksi kering atau cara destruksi basah. Destruksi kering merupakan perombakan logam pada sampel dengan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu, destruksi kering membutuhkan suhu antara 400-800°C. Kelebihan dari destruksi kering yaitu lebih aman dan sederhana, tidak memerlukan pereaksi, sedangkan kekurangannya tidak sesuai untuk unsur logam yang mudah menguap (Hg, Cs) memerlukan waktu yg lama, biaya operasional mahal, dan kemungkinan logam banyak yg hilang karena proses pemanasan yang tinggi. Destruksi basah merupakan perombakan sampel dengan asam kuat, asam kuat yang digunakan adalah asam nitrat (HNO₃), asam sulfat (H₂SO₄), asam perklorat (HClO₄) dan asam klorida (HCl). Kelebihan destruksi basah yaitu waktu yang diperlukan lebih cepat, biaya relatif lebih murah, peralatan lebih sederhana, dan proses oksidasi lebih cepat, sedangkan

kekurangannya yaitu resiko terkena reagen kimia (asam kuat) dan sifat asam yang mudah meledak (Kusmartini *et al.*, 2011).

Kelebihan dari spektrofotometri serapan atom yaitu dapat menganalisis konsentrasi logam berat dalam sampel secara akurat, dapat menganalisis sampel pada kadar terendah, dan analisis sampel berlangsung cepat, sedangkan kekurangan dari spektrofotometri serapan atom hanya dapat menganalisis logam berat dalam bentuk atom-atom, sampel yang digunakan harus dalam suasana asam (Sari, 2010).

2.2.2 Analisis aktivasi neutron (AAN). Analisis aktivasi neutron adalah suatu metode analisis unsur berdasarkan radioaktivitas imbas jika suatu cuplikan di irradiasi dengan menggunakan neutron. Metode analisis aktivasi neutron mampu mengidentifikasi unsur dalam jumlah yang sangat sedikit dan tidak terpengaruh oleh perlakuan kimia sehingga tidak merusak sampel yang dianalisis. Prinsip dasar analisis aktivasi neutron adalah timbulnya radioaktivitas imbas dari suatu sampel setelah di irradiasi oleh neutron. Sampel yang akan dianalisis di irradiasi dengan menggunakan suatu sumber neutron maka terjadi reaksi penangkapan neutron oleh inti atom unsur-unsur tersebut dan berubah menjadi radioaktif, reaksi ini disebut reaksi pengaktifan neutron. Kelebihan metode analisis aktivasi neutron yaitu pengukuran yang simultan, sensitivitas tinggi, dapat menganalisis dalam waktu singkat, tidak merusak sampel, relatif rendah akan kontaminasi, dapat menganalisis sampel dalam ukuran kecil, dan resiko kehilangan sampel relatif rendah sedangkan kekurangannya yaitu

memerlukan fasilitas dan peralatan seperti reaktor fisi atau akselerator partikel, dan biaya operasional lebih tinggi (mahal) (Syahfitri *et al.*, 2010).

3. Dampak logam timbal (Pb) terhadap kesehatan

Timbal di udara yang terhirup manusia dapat menimbulkan gejala-gejala seperti kram perut, kolik dan biasanya diawali dengan sembelit, mual dan muntah-muntah, sedangkan akibat yang lebih seperti sakit kepala, bingung atau pikiran kacau, sering pingsan dan koma. Pada anak-anak nafsu makan berkurang, sakit perut dan muntah, bergerak terasa kaku, kelemahan, tidak ingin bermain peka terhadap rangsangan, sulit berbicara dan gangguan otak serta koma. Keracunan timbal (Pb) secara kronis berjalan lambat seperti kelelahan, kelesuan dan iritabilitas merupakan tanda awal dari *intoksikasi* timbal (Pb) secara kronis. Paparan dengan dosis rendah sudah menimbulkan efek yang merugikan pada perkembangan dan fungsi dari sistem syaraf pusat (Sembel, 2015).

Timbal dapat merusak kesehatan dengan berbagai cara seperti pengurangan sel – sel darah merah, penurunan sintesis hemoglobin dan penghambatan sintesis heme yang menimbulkan anemia. Secara umum mekanisme timbulnya anemia akibat timbal (Pb) yaitu akibat terbentuknya senyawa timbal (Pb) dengan enzim. Kompleks yang terbentuk menjadi tidak aktif, yang berakibat terhambatnya sintesis darah merah (Hb) dan menimbulkan anemia (Sembel, 2015).

4. Penggunaan logam timbal (Pb)

Logam timbal (Pb) digunakan dalam industri baterai, kabel, penyepuhan, pestisida, sebagai zat antiletup pada bensin, bahan untuk penyolderan, sebagai

formulasi penyambung pipa. Kemampuan timbal (Pb) membentuk *alloy* dengan berbagai jenis logam lain sehingga banyak digunakan sebagai kabel telepon, kabel listrik, bahan peledak, pewarnaan cat, bahan aditif pada bahan bakar dan lain sebagainya (Widowati, 2008).

5. Sumber pencemaran logam timbal (Pb)

Keberadaan timbal (Pb) dapat ditemukan secara alami dan secara buatan seperti dari hasil industri dan dari buangan kendaraan bermotor.

5.1 Sumber alami. Kadar timbal (Pb) yang secara alami dapat ditemukan dalam bebatuan sekitar 13 mg/kg. Khusus timbal (Pb) yang tercampur dengan batu fosfat dan terdapat di dalam batu pasir (*sand stone*) kadarnya lebih besar yaitu 100 mg/kg. Timbal (Pb) yang terdapat di tanah berkadar sekitar 5-25 mg/kg dan di air bawah tanah (*ground water*) berkisar antara 1-60 µg/ liter (Sudarmaji, 2008). Analisis air bawah tanah menunjukkan kadar timbal (Pb) sebesar 1-60 µg/liter, sedangkan analisis air permukaan terutama pada sungai dan danau menunjukkan angka 1-10 µg/liter (Palar H, 2008).

5.2 Sumber dari industri. Industri yang berpotensi sebagai sumber pencemaran timbal (Pb) adalah industri yang memakai timbal (Pb) sebagai bahan baku maupun bahan penolong, seperti industri pengecoran, pembuatan baterai, kabel, dan industri kimia dalam pembuatan cat, karena toksisitasnya relatif lebih rendah jika dibandingkan dengan logam pigmen yang lain (Palar H, 2008).

5.3 Sumber dari transportasi. Timbal (Pb) berupa *tetra ethyl lead* dan *tetra methyl lead* banyak dipakai sebagai anti *knock* pada bahan bakar. Timbal (Pb) sebagai salah satu zat yang dicampurkan ke dalam bahan bakar yaitu $(C_2H_5)_4$

Pb atau TEL (*Tetra Ethyl Lead*). Timbal (Pb) yang bercampur dengan bahan bakar tersebut akan bercampur dengan oli dan melalui proses di dalam mesin maka logam berat timbal (Pb) akan keluar dari knalpot bersama dengan gas buang lainnya (Widowati, 2008).

B. Ikan Nila Merah

Ikan nila berasal dari Sungai Nil dan danau-danau sekitarnya. Ikan ini telah tersebar ke negara-negara di lima benua yang beriklim tropis dan subtropis. Di wilayah yang beriklim dingin, ikan nila tidak dapat hidup baik. Ikan nila merah merupakan hasil hibridisasi antara ikan nila betina *reddish-orange mossambique* (*Oreochromis mossambicus*) dengan ikan nila jantan normal (*Oreochromis niloticus*) hal ini mematahkan dugaan bahwa nila merah merupakan ikan yang mengalami penyimpangan genetik karena warna tubuhnya albino. Ikan nila (*Oreochromis niloticus*) merupakan jenis ikan yang mempunyai nilai ekonomis tinggi dan komoditas penting dalam bisnis ikan air tawar (Andriani, 2018). Menurut Amri & Khairuman (2013) klasifikasi ikan nila merah (*Oreochromis niloticus*) sebagai berikut :

- Filum : Chordata
- Subfilum : Vertebrata
- Class : Pisces
- Sub Class : Teleostei
- Ordo : Perchomorphi
- Subordo : Perchoidea

Famili : Cichlidae
Genus : *Oreochromis*
Spesies : *Oreochromis niloticus*

1. Morfologi ikan nila merah (*Oreochromis niloticus*)

Secara umum bentuk tubuh ikan nila adalah pipih ke samping dan memanjang, garis vertikal pada badan sebanyak 9-11 buah sedangkan garis-garis pada sirip ekor berwarna merah berjumlah 6-12 buah. Pada sirip punggung terdapat juga garis-garis miring, mata kelihatan menonjol dan relatif besar dengan bagian tepi mata berwarna putih. Badan relatif lebih tebal dan kekar dibandingkan ikan mujair. Garis lateralis (garis sisi di tengah tubuh) terputus dan dilanjutkan dengan garis yang terletak lebih bawah (Amri & Khairuman, 2013).

Ikan nila memiliki lima buah sirip, yaitu sirip punggung (*dorsal fin*), sirip dada (*pectoral fin*), sirip perut (*venteral fin*), sirip anus (*anal fin*) dan sirip ekor (*caudal fin*). Sirip punggung, sirip perut dan sirip dubur mempunyai jari-jari lemah tetapi keras dan tajam seperti duri. Sirip punggung memanjang dari bagian atas tutup insang hingga bagian atas sirip ekor, dan berwarna hitam. Sirip dada ada sepasang dan tampak hitam. Sirip perut berukuran kecil, sirip anus dan sirip ekor ada satu buah, sirip anus berbentuk agak panjang sedangkan sirip ekor berbentuk bulat. Bagian pinggir sirip punggung berwarna abu-abu atau hitam (Amri & Khairuman, 2013).

Banyak orang yang keliru membedakan antara ikan nila (*Oreochromis niloticus*) dengan mujair (*Oreochromis mossambicus*). Letak perbedaan keduanya dapat dilihat dari perbandingan ukuran tubuh ikan nila adalah 3:1 dan ikan mujair

2:1, selain itu terlihat adanya pola garis-garis vertikal yang sangat jelas di sirip ekor dan sirip punggung ikan nila. Jumlah garis vertikal di sirip ekor ada 6 buah dan sirip punggung ada 8 buah. Garis dengan pola yang sama (garis vertikal) juga terdapat di kedua sisi tubuh ikan nila dengan jumlah 8 buah, gambar ikan nila merah dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1. Nila merah (*Oreochromis niloticus*)

2. Jenis-jenis strain ikan nila

Menurut (Gustiano, *et al.*, 2008) ikan nila merupakan ikan asli perairan lembah sungai Nil (Afrika), nila introduksi pertama kali ke Indonesia pada tahun 1969 ke bogor yang selanjutnya dikenal dengan ikan nila 69. Beberapa strain ikan nila yang berhasil dikembangkan dan dikenal serta digemari oleh masyarakat antara lain :

2.1 Nila GIFT (*Genetic Improvement of Farmed Tilapia*). Nila GIFT merupakan ikan air tawar hasil seleksi pertama di dunia yang mempunyai pertumbuhan cepat (*World Fish Center*, 2010). Ikan ini merupakan varietas unggul yang berhasil dikembangkan oleh *International Center for Living Aquatic Resources Management* (ICLARM) di Filipina (Mushodiq, 2013).

2.2 Nila BEST (*Bogor Enhanced Strain Tilapia*). Strain ini merupakan salah satu ikan unggulan hasil pemuliaan menggunakan karakter keunggulan dalam pertumbuhan yang dikembangkan dari generasi ke-6 nila GIFT. Nila BEST merupakan hasil evaluasi Tim Peneliti Balai Penelitian dan Pengembangan Budidaya Air Tawar Bogor dalam kurun waktu 2004-2008. Beberapa sifat unggul nila BEST adalah lebih tahan terhadap penyakit *Streptococcus* dibanding ikan nila non-unggulan dan varietas yang sudah ada, daya toleransi yang tinggi terhadap lingkungan dan sistem pemeliharaan yang berbeda, tiga sampai lima kali lebih tinggi dalam hal fekunditas, dan larva yang dihasilkan relative lebih besar (Gustiano, *et al.*, 2009).

2.3 Nila GESIT (*Genetically Supermale Indonesian Tilapias*). Strain ini secara genetis diarahkan menjadi jantan super. Pengembangannya dimulailah sejak tahun 2001 dan dirilis tahun 2007. Karakteristik ikan ini dalam pertumbuhannya lebih cepat dan benih yang dihasilkan 90% adalah jantan (Ghufran & Kordi, 2010).

2.4 Nila NIFI (*National Inland Fishery Institute*). Ikan nila ini disebut juga nila Bangkok dan nila merah. Strain ini pertama kali didatangkan dari Thailand pada tahun 1989. Pertumbuhannya lebih cepat dari ikan nila lokal. Keunggulan lain ialah mampu menghasilkan keturunan yang dominan jantan (Gustiano, *et al.*, 2009).

2.5 Nila Nirwana (Nila Ras Wanayasa). Strain ini merupakan hasil pemuliaan dari nila GIFT dan nila GET (*Genetically Enhanced of Tilapias*) dari Filipina yang dilakukan oleh Balai Pengembangan Benih Ikan (BPBI). Wanayasa,

Purwakarta dan Institut Pertanian Bogor (IPB). Ikan ini mulai dikenalkan pada masyarakat pada tahun 2006. Kelebihan ikan nila ini adalah pertumbuhannya yang cepat dalam waktu enam bulan dapat mencapai bobot 1 kg, bentuk tubuh lebih lebar dan struktur daging lebih tebal (Ghufran & Kordi, 2010).

2.6 Nila Larasati (Nila Merah Strain Janti). Ikan nila ini dikenal juga dengan nama nila janti. Strain ini merupakan hasil pemuliaan antara nila hitam dengan nila merah yang dilakukan oleh Balai Perikanan Budidaya Ikan Air Tawar (BPBIAT) Janti, Klaten. Ikan ini memiliki keseragaman warna merah hingga 90% (Andriani, 2018). Keunggulan ikan ini mempunyai pertumbuhan seperti nila merah, namun reaksi pakannya seperti nila hitam, serta dapat menghasilkan daging lebih banyak dan mortalitas yang lebih sedikit (Ghufran & Kordi, 2010).

3. Habitat dan pakan ikan nila

Habitat ikan nila adalah air tawar seperti sungai, danau, waduk dan rawa-rawa tetap karena toleransinya yang luas terhadap salinitas (*euryhaline*) sehingga dapat pula hidup dengan baik di air payau. Ikan nila merupakan ikan yang dapat beradaptasi dengan baik diberbagai habitat, spesies ini telah banyak ditemukan mampu hidup di segala macam air, mulai dari sungai, danau dan saluran irigas, meskipun tergolong ke dalam ikan air tawar, namun spesies ini dapat beradaptasi dengan kondisi perairan payau (Andriani, 2018).

Pakan nila ini di habitat asli berupa plankton, perifiton, dan tumbuhan lunak, seperti *Hydrilla* dan ganggang. Ikan nila tergolong ke dalam hewan omnivora (pemakan segala/ hewan dan tumbuhan) cenderung herbivora.

Pada masa pemeliharaan, ikan nila dapat diberi pakan buatan (pelet) yang mengandung protein antara 20-25 % (Nugroho *et al*, 2015).

4. Kegunaan ikan nila

Ikan membutuhkan energi untuk dapat tumbuh dan berkembang, energi tersebut berasal dari nutrien yang dikonsumsi oleh ikan. Faktor yang mempengaruhi kebutuhan nutrien pada ikan diantaranya adalah jumlah dan jenis asam amino esensial, kandungan protein yang dibutuhkan, serta kandungan energi pada pakan dan faktor fisiologis ikan. Ikan nila akan memperlihatkan pertumbuhan yang baik apabila pakan mengandung nutrisi yang seimbang, di dalamnya mengandung protein, karbohidrat, lemak, vitamin, dan mineral sehingga ikan nila merupakan sumber nutrien yang baik (Nugroho *et al*, 2015).

C. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometri serapan atom (SSA) adalah suatu metode yang digunakan untuk mendeteksi atom-atom logam dalam suatu cuplikan yang didasarkan pada proses penyerapan radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (*ground state*). Cara kerja spektrofotometri serapan atom berdasarkan atas penguapan sampel, kemudian logam yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logam beratnya (Sari, 2010).

1. Instrumentasi spektrofotometri serapan atom

Terdapat lima komponen utama dalam instrument spektrofotometri serapan atom, yaitu : sumber sinar, tempat sampel, monokromator, *detektor*, dan readout.

1.1 Sumber sinar. Sumber sinar yang lazim dipakai adalah katoda berongga (*Hallow Cathoda Lamp*). Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda berbentuk silinder berongga yang terbuat dari logam atau dilapisi dengan logam tertentu. Tabung logam ini diisi dengan gas mulia (neon atau argon). Bila antara anoda dan katoda diberi selisih tegangan yang tinggi (600 volt), maka katoda akan memancarkan berkas-berkas elektron yang bergerak menuju anoda yang mana kecepatannya dan energinya sangat tinggi. Elektron-elektron dengan energi tinggi ini dalam perjalanannya menuju anoda akan bertabrakan dengan gas-gas mulia yang diisikan tadi. Akibat dari tabrakan-tabrakan ini membuat unsur-unsur gas mulia kehilangan elektron dan menjadi bermuatan positif. Ion-ion gas mulia yang bermuatan positif ini selanjutnya akan bergerak ke katoda dengan kecepatan dan energi yang tinggi pula. Pada katoda terdapat unsur-unsur yang sesuai dengan unsur yang dianalisis. Unsur-unsur ini akan ditabrak oleh ion-ion positif gas mulia. Akibat tabrakan ini, unsur-unsur akan terlempar keluar dari permukaan katoda. Atom-atom unsur dari katoda ini mungkin akan mengalami eksitasi ke tingkat energi-energi elektron yang lebih tinggi dan akan memancarkan spektrum pancaran dari unsur yang sama dengan unsur yang akan dianalisis (Rohman, 2007).

1.2 Tempat sampel. Dalam analisis dengan spektrofotometri serapan atom, sampel yang akan dianalisis diuraikan menjadi atom-atom netral yang masih dalam keadaan asas (Rohman, 2007).

1.3 Monokromator. Monokromator dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan untuk analisis. Dalam monokromator terdapat *chopper* (pemecah sinar), suatu alat yang berputar dengan frekuensi atau kecepatan perputaran tertentu (Rohman, 2007).

1.4 Detektor. *Detektor* digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan (Rohman, 2007).

1.5 Readout. *Readout* merupakan suatu alat penunjuk atau dapat pula diartikan sebagai pencatat hasil. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Rohman, 2007).

2. Gangguan dalam spektrofotometri serapan atom

Gangguan-gangguan (*interference*) pada spektrofotometri serapan atom adalah peristiwa-peristiwa yang menyebabkan pembacaan absorbansi unsur yang akan dianalisis menjadi lebih kecil atau lebih besar dari nilai yang sesuai dengan konsentrasi dalam sampel.

2.1 Gangguan yang berasal dari matriks sampel. Gangguan matriks sampel tersebut dapat berpengaruh terhadap laju aliran bahan bakar/gas pengoksidasi. Sifat-sifat tersebut 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 di dalam sampel. (Gandjar & Rohman, 2007).

2.2 Gangguan kimia. Gangguan kimia dapat mempengaruhi jumlah/banyaknya atom yang terjadi di dalam nyala. Terbentuknya atom-atom netral yang masih dalam keadaan azas di dalam nyala sering terganggu oleh dua peristiwa kimia (Gandjar & Rohman, 2007) yaitu :

2.2.1 Diasosiasi senyawa-senyawa yang tidak sempurna. Terjadinya disosiasi yang tidak sempurna disebabkan oleh terbentuknya senyawa-senyawa yang bersifat refraktorik (sukar diuraikan di dalam nyala api). Contoh senyawa-senyawa refraktorik adalah oksida-oksida dan garam-garam fosfat, selikat, aluminat dari logam alkali tanah, dan garam kalium fluorotantalat. Dengan terbentuknya senyawa yang bersifat refraktorik akan mengurangi jumlah atom netral yang ada di dalam nyala.

2.2.2 Ionisasi atom-atom di dalam nyala. 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 yang berada dalam keadaan azas. Jika terbentuk ion maka dapat mengganggu pengukuran absorbansi atom netral karena spektrum absorbansi atom-atom yang mengalami ionisasi tidak sama dengan spektrum atom dalam keadaan netral.

2.3 Gangguan oleh absorbansi. Gangguan oleh absorbansi di sebabkan bukan oleh absorbansi atom yang dianalisis, yakni absorbansi oleh molekul-molekul yang tidak terdisosiasi didalam nyala. (Gandjar & Rohman, 2007).

Gangguan-gangguan di atas dapat diatasi dengan menggunakan cara sebagai berikut:

2.3.1 Penggunaan nyala/suhu atomisasi yang lebih tinggi. Dengan suhu yang lebih tinggi, maka senyawa senyawa akan bereaksi secara sempurna. Untuk menguraikan senyawa-senyawa yang bersifat refraktorik, tidak hanya suhu yang di tinggikan tetapi juga komposisi nyala, yakni perbandingan antara gas pembakar dan gas pengoksidasi.

2.3.2 Penambahan senyawa penyangga. Senyawa penyangga akan mengikat gugusan pengganggu, (selikat, fosfat, aluminat, sulfat). Contoh unsur penyangga adalah Sr dan La yang ditambahkan pada analisis Ca secara SSA. Dengan adanya penambahan senyawa penyangga maka ion fosfat akan terikat dan tidak akan membentuk Ca-fosfat yang bersifat refraktorik.

2.3.3 Pengekstraksian unsur yang akan dianalisis. Untuk mengekstraksi senyawa logam dalam pelarut organik, maka logam tersebut harus dibuat dalam bentuk kompleks baru kemudian kompleks tersebut diekstraksi menggunakan pelarut organik. Contohnya analisis tantalum dapat diganggu dengan adanya unsur kalium membentuk K_2TaF_6 yang bersifat refraktorik. kompleks TaF_4 dapat diekstraksi dengan pelarut metilisobutil keton.

2.3.4 Pengekstraksian ion atau gugus pengganggu. Gangguan kimia yang ditimbulkan oleh ion atau gugus pengganggu dapat dihindari dengan mengekstraksikan ion atau gugus pengganggu tersebut. Contohnya analisis logam dalam jumlah sekelumit (*trace analysis*) dalam biji besi. Adanya besi dalam jumlah yang besar dapat mengganggu proses penetapan kadar.

2.4 Gangguan oleh penyerapan non-atomik (Non Atomic Absorption).

Gangguan ini terjadi karena penyerapan cahayanya 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 & Rohman, 2007).

D. Validasi Metode Uji

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Validasi memastikan bahwa suatu prosedur tertulis memiliki detail yang cukup jelas sehingga dapat dilaksanakan oleh analisis atau laboratorium yang berbeda dengan hasil yang sebanding (ISO/IEC 17025:2008).

1. Parameter validasi metode

1.1 Linearitas. Linearitas adalah kemampuan metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima. Metode analisis yang baik adalah ketika linearitas metode mendapatkan korelasi (R) 0,999 (Riyanto, 2015).

1.2 Akurasi. Akurasi atau Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan

dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi dinyatakan dengan prosentase perolehan kembali, prosentasi *recovery* harus diantara 80% - 120% (Riyanto, 2015).

Persamaan (1) digunakan untuk menghitung *Recovery*

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{kadar terukur}}{\text{kadar diketahui}} \times 100\% \quad \dots\dots(1)$$

1.3 Presisi. Keseksamaan 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 dengan menentukan Koefisiens Varians yang tidak lebih dari 2 % (Riyanto, 2015).

Persamaan (2) untuk menghitung Standar Deviasi.

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

Persamaan (3) untuk menghitung Koefisien Varians.

$$CV = \frac{SD}{x} \times 100\% \quad \dots\dots(3)$$

1.4 Selektivitas. Selektivitas adalah kemampuannya 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 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 (Riyanto, 2015).

1.5 Limit of Detection dan limit of quantitation. *Limit of detection* adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas, sedangkan *limit of quantitation* merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Riyanto, 2015).

Persamaan (4) untuk menghitung LOD.

$$\text{LOD} = \frac{3,3 \times \text{SD}}{\text{Slope}} \dots\dots (4)$$

Persamaan (5) untuk menghitung LOQ.

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

E. Landasan Teori

Ikan nila merah (*Oreochromis niloticus*) merupakan salah satu komoditas budidaya perikanan yang banyak dikonsumsi, karena dagingnya enak dan juga merupakan sumber protein hewani serta harganya terjangkau oleh masyarakat (Amri dan Khairuman, 2008). Pengembangan budidaya ikan nila tidak banyak mengalami masalah namun salah satu masalah yang perlu diperhatikan yaitu pencemaran logam timbal (Pb) pada perairan budidaya. Masuknya logam timbal (Pb) dalam perairan budidaya akan meningkatkan konsentrasinya, sehingga menyebabkan bioakumulasi dan biomagnifikasi pada biota (Andriani, 2018).

Logam timbal (Pb) yang masuk ke dalam perairan melalui tahap pengkristalan diudara dengan bantuan air hujan sehingga timbal (Pb) dalam perairan waduk akan terlarut dan tersuspensi atau dapat juga mengendap pada

sedimen. Menurut Widiyanti *et al* (2005) analisis kandungan logam berat timbal (Pb) serta struktur Mikroanatomi *Ctenidia* dan kelenjar pencernaan (Hepar) *Anodonta woodiana* di sungai serang hilir waduk kedungombo timbal dalam air menunjukkan angka dari stasiun 1 sebesar 0,04448 ppm, stasiun 2 sebesar 0,185011 ppm, stasiun 3 sebesar 0,114422 ppm, timbal dalam sedimen menunjukkan angka dari stasiun 1 sebesar 13,891878 mg/kg, stasiun 2 sebesar 14,288611 mg/kg, stasiun 3 sebesar 14,723899 mg/kg, timbal dalam *ctenidia* dari stasiun 1 sebesar 10,021200 mg/kg, stasiun 2 sebesar 9,799289 mg/kg, stasiun 3 sebesar 10,815411 mg/kg, dan timbal dalam *digestive gland* (hepar) dari stasiun 1 sebesar 7,0891456 mg/kg, stasiun 2 sebesar 6,968100 mg/kg, stasiun 3 sebesar 7,574944 mg/kg.

Konsentrasi timbal (Pb) di sungai serang hilir Waduk Kedungombo dalam air menunjukkan angka rata-rata yakni sebesar 0,114637 ppm, dalam sedimen menunjukkan angka rata-rata yakni sebesar 14,301463 mg/kg, dalam *ctenidia* menunjukkan angka rata-rata yakni sebesar 10,211967 mg/kg dan dalam *digestive gland* (hepar) menunjukkan angka rata-rata yakni sebesar 7,478167 mg/kg. Konsentrasi timbal (Pb) dalam air, sedimen, *ctenidia*, *digestive gland* (hepar) kerang *A. woodiana*, telah melebihi ambang batas sesuai PPRI No.82 tahun 2001 dan Kep. Dirjen POM No. 03725/B/VII/89. Logam timbal (Pb) di sungai serang hilir Waduk Kedungombo terdistribusi secara merata pada semua stasiun penelitian, tidak menunjukkan beda nyata. Berkembangnya aktivitas budidaya perikanan di waduk juga dapat menyebabkan adanya logam timbal (Pb) dalam perairan waduk karena banyaknya pakan dan kotoran ikan yang lolos ke perairan

waduk, selanjutnya pakan dan kotoran akan terurai sehingga terjadi pengkayaan unsur hara (*eutrofikasi*).

Analisis logam timbal (Pb) pada sampel ikan nila merah ini dilakukan preparasi secara destruksi basah. Uji kualitatif dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom yaitu dengan adanya nilai serapan yang diperoleh dari lampu katoda timbal. Uji kuantitatif yang dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom yaitu menggunakan perhitungan dengan regresi linear. Berdasarkan SNI 2729:2013 batas maksimum kandungan logam timbal (Pb) pada ikan adalah sebesar 0,3 mg/kg.

F. Hipotesis

Hipotesis pada penelitian ini adalah:

1. Ikan nila merah di sekitar perairan Waduk Kedungombo tercemar logam berat timbal (Pb).
2. Kadar logam berat timbal (Pb) pada ikan nila merah dapat dilakukan uji kualitatif dan uji kuantitatif dengan spektrofotometri serapan atom.
3. Batas maksimum kandungan logam timbal (Pb) menurut syarat yang tercantum dalam SNI 2729:2013 pada ikan adalah sebesar 0,3 mg/kg. Hasil penelitian yang telah dilakukan konsentrasi timbal (Pb) di sungai serang hilir Waduk Kedungombo telah melebihi ambang batas maksimum berdasarkan SNI 2729:2013.