

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

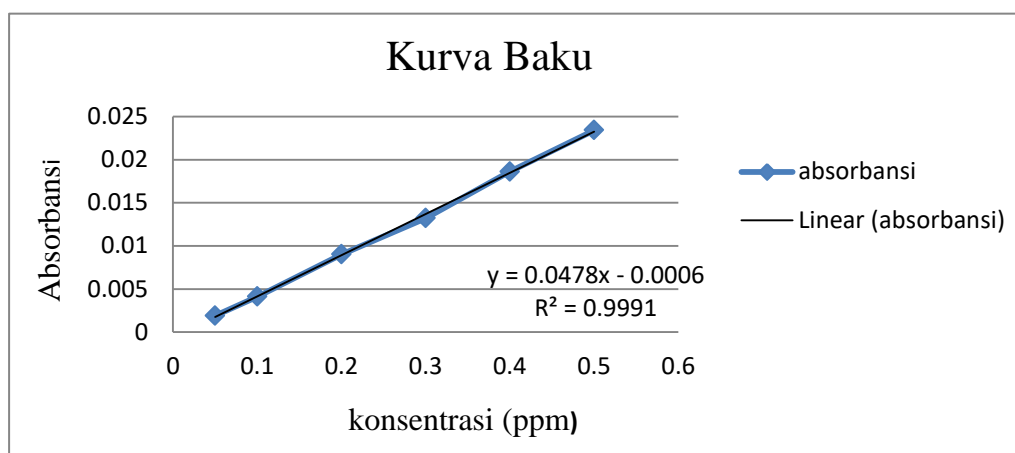
1. Preparasi sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan nila merah yang di peroleh langsung dari keramba yang berada di perairan hulu dan hilir Waduk Kedungombo, bagian yang dianalisa adalah bagian daging ikan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kadar cemaran logam berat timbal (Pb) yang terdapat pada daging ikan nila merah dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom. 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/kg.

Kadar cemaran logam berat timbal (Pb) pada ikan nila merah tersebut dapat diketahui dengan dilakukan destruksi terlebih dahulu. Destruksi sampel dilakukan dengan metode destruksi basah yaitu perombakan sampel dengan asam nitrat dan hydrogen peroksida, karena asam nitrat merupakan oksidator kuat yang dapat melarutkan hampir seluruh logam dan dapat mencegah pengendapan unsur dan unsur-unsur logam dalam sampel dapat dilepas ikatannya dengan destruksi menggunakan asam nitrat, sedangkan hydrogen peroksida berfungsi untuk mempercepat proses oksidasi. Selama proses destruksi dapat menimbulkan asap berwarna coklat selama pemanasan berlangsung, adanya gas ini mengindikasikan bahwa bahan telah dioksidasi secara sempurna oleh asam nitrat. Destruksi dihentikan jika telah menghasilkan larutan jernih (Murtini, 2009).

2. Penentuan kurva kalibrasi

Penentuan kurva kalibrasi dibuat dari larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 100 ppm dengan 6 konsentrasi yang berbeda 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. Grafik kurva baku dapat dilihat pada gambar 2.



Gambar 2. Kurva baku logam berat timbal (Pb)

Persamaan kurva kalibrasi yang didapatkan adalah $y = 0,0478x - 0,0006$ dengan nilai koefisien korelasi $R^2 = 0,9991$. Berdasarkan *Hukum Lambert-Beer* absorbansi yang didapatkan dari kurva baku berbanding lurus dengan konsentrasi yaitu semakin tinggi konsentrasi maka akan semakin tinggi nilai absorbansi sehingga didapatkan nilai R^2 mendekati 1. Perhitungan pembuatan larutan kurva kalibrasi dapat dilihat pada lampiran 2 halaman 45.

3. Validasi metode

3.1 Linearitas. Penentuan linearitas menggunakan kurva baku dengan 6 konsentrasi yang berbeda 0,05 ppm; 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,3 ppm; 0,4 ppm; dan 0,5 ppm. Berdasarkan hasil yang didapatkan persamaan kurva kalibrasi adalah $y =$

0,0478x - 0,0006 dengan nilai koefisien korelasi $R^2 = 0,9991$. Didapat nilai a atau intercept sebesar -0,0006, nilai b atau slope sebesar 0,0478x, sedangkan nilai R sebesar 0,9995 dan nilai R^2 sebesar 0,9991. Kurva kalibrasi harus linear dengan nilai R^2 yang mendekati 1, sehingga dapat dikatakan bahwa metode analisis yang digunakan memiliki nilai linearitas yang baik.

3.2 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. Nilai kembali (*recovery*) diperoleh dengan membuat larutan standart dengan tiga konsentrasi yang berbeda yaitu 0,1; 0,3; dan 0,5 ppm. Akurasi yang baik memiliki nilai kembali (*recovery*) diantara 80 % - 120 %. Perhitungan nilai *Recovery* dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. 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		

Berdasarkan hasil perhitungan di atas menunjukkan kisaran nilai *recovery* 93,4449 % - 110,8787 % sehingga data yang didapatkan memenuhi persyaratan

nilai *recovery* yaitu 80 % - 120 %. Data dan perhitungan akurasi dapat dilihat pada lampiran 6 halaman 52.

3.3 Presisi. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Keseksamaan dapat dinyatakan sebagai keterulangan atau ketertiruan. Nilai presisi yang baik bila Koefisiens varians (CV) yang tidak lebih dari 2 %. Perhitungan nilai presisi dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Perhitungan nilai presisi

Replikasi	Abs (y)	Konsentrasi (ppm) (X)	Rata-Rata (Xr)	$ X - Xr ^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	0,2025	0.00000016		
6	0,0092	0,2050		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 nilai koefisiens varians didapatkan sebesar 1,5245 %, sehingga dapat dinyatakan bahwa metode yang digunakan memiliki presisi yang baik karena nilai koefisiens varians tidak lebih dari 2 %. Data dan perhitungan presisi dapat dilihat pada lampiran 7 halaman 54.

3.4 Selektivitas. Selektivitas adalah kemampuannya yang hanya mengukur zat tertentu saja secara cermat dan seksama dengan adanya komponen lain yang mungkin ada dalam matriks sampel. Berdasarkan hasil menunjukkan

selektivitas pada penelitian ini, karena pada uji kualitatif dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom, lampu katoda timbal memberikan nilai absorbansi pada sampel, sehingga sampel dinyatakan positif mengandung logam berat timbal (Pb).

3.5 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. Perhitungan LOD dan LOQ dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Perhitungan LOD dan LOQ

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

Hasil perhitungan LOD dan LOQ diatas menunjukkan batas deteksi logam berat timbal (Pb) lebih rendah dari konsentrasi terendah yang digunakan untuk kurva kalibrasi yaitu 0,05 ppm, dan persyaratan uji sensitivitas memenuhi syarat karena pada setiap konsentrasi pengukuran memberikan nilai atau hasil yang tergolong cermat dan seksama. Data dan perhitungan LOD dan LOQ dapat dilihat pada lampiran 8 halaman 55.

4. Uji kualitatif

Uji kualitatif dilakukan untuk mengetahui adanya atau tidaknya kandungan logam berat timbal (Pb) pada sampel dilakukan dengan menggunakan tiga metode yaitu uji ditizon (Pereaksi KCN + larutan ditizon 0,005 %) serta dengan penambahan serbuk KI dan Na_2CO_3 , kemudian dilakukan pula uji kualitatif dengan metode spektrofotometri serapan atom.

Tabel 4. Hasil uji kualitatif timbal (Pb)

Hasil uji			
No	Metode	Sampel	Standar
1	Uji ditizon (Pereaksi KCN + ditizon 0,005 %)	Larutan merah yang samar- samar	Larutan merah
2	Serbuk KI	Endapan kuning	Endapan kuning
3	Serbuk Na_2CO_3	Endapan putih	Endapan putih

Metode pertama secara uji ditizon sampel menunjukkan hasil positif. Metode yang kedua setelah ditambahkan serbuk KI sampel menunjukkan hasil yang positif dan metode yang ketiga dengan penambahan Na_2CO_3 sampel menunjukkan hasil positif. Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan dengan metode diatas, sampel dinyatakan positif mengandung logam timbal.

Tabel 5. Hasil uji kualitatif timbal (Pb) dengan spektrofotometri serapan atom

Sampel	Absorbansi sampel
1 (hulu)	0,0012
2 (hilir)	0,0005

Uji kualitatif yang dilakukan pada penelitian ini dengan metode spektrofotometri serapan atom, sampel menunjukkan hasil yang positif karena lampu katoda timbal (Pb) yang digunakan dalam analisis ini memberikan nilai serapan pada panjang gelombang 217 nm.

5. Penentuan kadar sampel

Penetapan kadar dilakukan dengan larutan jernih hasil preparasi sampel diukur serapannya dengan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 217 nm. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan untuk masing-masing sampel, lalu absorbansi yang didapatkan disubstitusikan sebagai nilai y pada persamaan regresi linier yang telah diketahui kemudian nilai konsentrasi (x) yang didapatkan digunakan untuk menghitung kadar timbal (Pb) dalam satuan mg/kg. Kadar logam berat timbal pada sampel yang telah dianalisis dapat dilihat pada tabel 6.

Tabel 6. Analisis logam berat timbal (Pb)

No	Sampel 1 (hulu)	Kadar (mg/kg)	Rata-rata kadar (mg/kg)
1	Replikasi 1	0,9681	
2	Replikasi 2	0,8084	0,9480
3	Replikasi 3	1,0704	
No	Sampel 2 (hilir)	Kadar (mg/kg)	Rata-rata kadar (mg/kg)
1	Replikasi 1	0,6007	
2	Replikasi 2	0,6023	0,6358
3	Replikasi 3	0,7044	

Berdasarkan dari nilai rata-rata kadar logam berat timbal yang diperoleh pada sampel 1 (hulu) dan sampel 2 (hilir) dinyatakan bahwa kadar logam berat

timbal pada sampel ikan nila merah telah melewati batas maksimum yaitu $\geq 0,3$ mg/kg berdasarkan SNI 2729:2013 tentang cemaran logam berat pada ikan, hal ini dapat dikarenakan oleh beberapa faktor yakni adanya sampah rumah tangga, bahan bakar perahu, tumpahan oli, pengakabatan pelampung keramba serta sisa pakan ikan yang menyebabkan pencemaran air Waduk Kedungombo. Perhitungan kadar logam berat timbal (Pb) dapat dilihat pada lampiran 5 halaman 48.

Dilakukan uji dengan SPSS hasil output uji statistik pada data uji *One-Sample Kolmogorov-Smirnov Test* diperoleh nilai signifikansi sebesar $0,993 > 0,05$ (H_0 diterima). Data tersebut mengikuti distribusi normal sehingga dapat dilakukan analisis variansi, kemudian dilanjutkan *Test of Homogeneity of Variances* didapatkan nilai signifikansi *Lavene Statistic* adalah sebesar $0,302 > 0,05$ maka H_0 diterima, maka memenuhi persyaratan homogenitasnya. Hasil data uji ANOVA menunjukkan bahwa nilai F hitung sebesar 13,980 dengan signifikansi $0,020 < 0,05$ H_0 ditolak, berarti sampel berbeda secara signifikansi. Perhitungan SPSS nonparametik dapat dilihat pada lampiran 9 halaman 56.