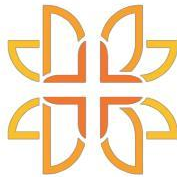


**ANALISIS CEMARAN LOGAM BERAT TIMBAL (Pb)  
PADA KOMODITI JAMUR MERANG *Volvariella volvacea* DI  
DAERAH SUBANG DENGAN METODE  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**Aef Saeful Bahri**

**21131189**



**Universitas  
Bhakti Kencana**

**UNIVERSITAS BHAKTI KENCANA  
S1 FAKULTAS FARMASI  
BANDUNG  
2020**

**Lembar Pengesahan**

**ANALISIS CEMARAN LOGAM BERAT TIMBAL (Pb)  
PADA KOMODITI JAMUR MERANG *Volvariella volvacea* DI  
DAERAH SUBANG DENGAN METODE  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**AEF SAEPUL**

**21131189**

**Bandung, Juli 2020**

**Menyetujui**

**Pembimbing**



**(Fenti Fatmawati., MS.i)**

**Abstraksi**

**ANALISIS CEMARAN LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA  
KOMODITI JAMUR MERANG *Volvariella volvacea* DI  
DAERAH SUBANG DENGAN METODE  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**Oleh :**  
**Aef Saepul Bahri**  
**21131189**

Jamur merang umumnya tumbuh pada media yang mengandung selulosa, misalnya tumpukan merang, limbah penggilingan padi, limbah pabrik kertas, ampas sagu, ampas tebu, sisa kapas kulit buah pala, dan sebagainya. Adanya petani lokal yang membudidayakan jamur merang yang kemungkinan tercemar oleh logam berat contohnya yaitu timbal (Pb), karena di daerah tersebut terdapat pabrik tekstil yang limbahnya dibuang langsung ke sungai yang airnya digunakan untuk menyiram jamur merang tersebut.

Logam berat tersebut dapat terdistribusi ke bagian tubuh manusia dan sebagian akan terakumulasikan melalui berbagai perantara, seperti udara, makanan, maupun air yang terkontaminasi oleh logam berat. Selain itu juga pada kandungan jamur merang kemungkinan terdapat logam berat akibat dari kontaminasi air sungai yang digunakan untuk menyiram jamur tersebut. Kontaminasi logam-logam tersebut dapat mempengaruhi dan menyebabkan

penyakit pada manusia karena di dalam tubuh unsur yang berlebihan akan mengalami detoksifikasi.

Dari permasalahan tersebut maka telah dilakukan penelitian tentang analisis cemaran kimia berupa logam berat seperti timbal (Pb) dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom (SSA). Setelah penulis menyelesaikan proses penelitian pada sampel komoditas jamur merang dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom, bahwa jamur merang mengandung timbal tetapi dalam batas normal dan dapat dikonsumsi.

Kata Kunci : Jamur Merang, Logam Berat Pb, spektrofotometri serapan atom (SSA)

*Abstract*

**ANALISIS CEMARAN LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA  
KOMODITI JAMUR MERANG *Volvariella volvacea* DI  
DAERAH SUBANG DENGAN METODE  
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

**By :**

**Aef SaepulBahri**

**21131189**

*Mushroom mushrooms generally grow on media containing cellulose, such as a stack of straw, rice mill waste, paper mill waste, sago pulp, sugarcane bagasse, cotton nutmeg cotton residues, and so on. The existence of local farmers who cultivate straw mushrooms that are likely polluted by heavy metals, for example, lead (Pb), because in the area there is a textile factory whose waste is discharged directly into rivers whose water is used to water the mushroom.*

*Heavy metals can be distributed to parts of the human body and some will be accumulated through various intermediaries, such as air, food, or water that is contaminated by heavy metals. In addition, the content of mushroom mushrooms may be heavy metals due to river water contamination that is used to water the fungus. Contamination of these metals can affect and cause disease in humans because in the body excessive elements will experience detoxification.*

*From these problems, research has been carried out on the analysis of chemical contaminants in the form of heavy metals such as lead (Pb) using atomic absorption spectrophotometry (AAS). After the author completes the research process on the sample commodity of mushroom using atomic absorption spectrophotometry method, that mushroom contains lead but within normal limits and can be consumed.*

*Kunici words: Merang Mushroom, Heavy Metal Pb, Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)*

## Kata Pengantar

Puji dan syukur alhamdulillah, penulis panjatkan ke hadirat Allah SWT yang telah menuntun penulis dalam penyusunan Laporan Tugas Akhir ini. Tugas akhir ini penulis beri judul “Analisis Cemaran Logam Berat Timbal (Pb) Pada Komoditi Jamur Merang *Volvariella Volvacea* Di Daerah Subang Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (Ssa)”. Laporan tugas akhir ini merupakan salah satu syarat untuk memperoleh gelar Strata I Studi Farmasi di Sekolah Tinggi Farmasi Bandung.

Penulisan Laporan Tugas Akhir ini dapat disusun dan diselesaikan dengan baik tidak terlepas dari bantuan dan dukungan dari semua pihak yang ikut dalam membimbing penulis untuk menyelesaikan Laporan Tugas Akhir ini. Pada kesempatan ini, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Ketua Yayasan Bhakti Kencana Bandung Bapak H. A Mulyana, MH,SH.Kes.,M.Pd.
2. Ketua Fakultas Farmasi Bapak Dr. Entris Sutrisno, M.H. Kes., Apt.
3. Dosen pembimbing Ibu Fenti Fatmawati., MS.i
4. Kedua orang tua tercinta, istri dan keluarga atas jasa doa, bimbingan dan nasehat.
5. Segenap dosen dan staf karyawan Fakultas Farmasi Bandung

6. Serta rekan Mahasiswa/i yang telah memberikan masukan dan bantuannya dalam menyelesaikan tugas akhir ini.

Penulis berusaha untuk menyelesaikan Tugas Akhir ini sebaik mungkin, tetapi penulis sadar akan keterbatasan dan kekurangan yang penulis miliki. Untuk itu penulis mohon maaf atas keterbatasan dan kekurangan laporan ini dan mengharapkan adanya kritik dan saran untuk pengembangan diri penulis di masa mendatang, semoga Allah SWT senantiasa melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada kita. Amin

Bandung, 30 Juni 2020

Aef Saepul Bahri



## Daftar Isi

Lembar Pengesahan .....	ii
Abstraksi .....	iii
<i>Abstract</i> .....	v
Kata Pengantar.....	vii
Daftar Isi.....	ix
Daftar Gambar .....	xii
Daftar Tabel.....	xiii
Bab I Pendahuluan .....	xiv
I.1. Latar Belakang.....	1
I.2. Rumusan Masalah.....	3
I.3. Batasan Masalah .....	3
I.4. Tujuan Penelitian .....	3
I.5. Manfaat Penelitian .....	4
Bab II Tinjauan Pustaka .....	5
II.1. Jamur Merang .....	5
II.2. Cemaran .....	7
II.3. Cemaran Biologis .....	7
II.4. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).....	10
II.5. Komponen SSA .....	11
II.6. Cara Kerja .....	13

II.7. Penyiapan Sampel.....	13
II.8. Validasi Metode.....	15
II.9. Analisis kualitatif dengan metode SSA.....	18
Bab III Metodologi .....	20
Bab IV Alat Dan Bahan .....	22
IV.1. Alat.....	22
IV.2. Bahan.....	22
Bab V Prosedur.....	23
V.1. Preparasi Sampel.....	23
V.2. Validasi Metode Analisis .....	23
V.2.1. Uji Linieritas Timbal (Pb) .....	23
V.2.2. Batas deteksi dan kuantitasi .....	24
V.2.3. Uji akurasi dan presisi .....	24
V.3. Pengukuran kadar .....	25
V.3.1. Penentuan kadar Timbal (Pb).....	25
Bab VI Hasil Dan Pembahasan.....	27
VI.1. Validasi Metode Analisis .....	27
VI.1.1. Linieritas.....	27
VI.1.2. Batas deteksi (BD) dan batas kuantisasi (BK) .....	29
VI.1.3. Akurasi .....	29
VI.2. Preparasi sampel .....	32
VI.3. Penerapan Kadar Pb pada Sampel.....	32
Bab VII Kesimpulan Dan Saran .....	33

VII.1.	Kesimpulan.....	33
VII.2.	Saran.....	33
Daftar Pustaka	.....	34
lampiran	.....	35

## Daftar Gambar

Gambar II. 1 Jamur Merang .....	7
Gambar VI. 1 Kurva Kalibrasi Pb .....	28

### **Daftar Tabel**

Tabel VI. 1 kurva kalibrasi Timbal.....	28
Tabel VI. 2 Nilai BD dan BK Logam Pb .....	29
Tabel VI. 3 Data Penentuan Akurasi Logam Pb.....	30
Tabel VI. 4 Data penentuan presisi logam Pb .....	31
Tabel VI. 5 kadar Pb pada sampel .....	32

## Daftar Singkatan

SINGKATAN	NAMA
SSA	Spektrofotometri Serapan Atom
SD	Standar Deviasi
UPK	Uji Perolehan Kembali
SBR	Simpangan Baku Relatif
BD	Batas Deteksi
BK	Batas Kuantisasi

## Daftar Lampiran

Lampiran 1. 1.....	35
Lampiran 1. 2.....	37
Lampiran 1. 3.....	39
Lampiran 1. 4.....	40

# **Bab I**

## **Pendahuluan**

### **I.1. Latar Belakang**

Komoditas jamur merang *Volvariella volvacea* merupakan salah satu usaha yang menjanjikan karena kebutuhan jamur merang setiap harinya selalu bertambah serta diikuti dengan harga jamur merang yang semakin meningkat drastis dari tahun ke tahun (Sinaga, 2001). kebutuhan jamur merang semakin meningkat namun produksinya semakin berkurang. Jamur merang umumnya tumbuh pada media yang mengandung selulosa, misalnya tumpukan merang, limbah penggilingan padi, limbah pabrik kertas, ampas sagu, ampas tebu, sisa kapas kulit buah pala, dan sebagainya (Sinaga, 2011)

Didaerah Subang ada seorang petani lokal yang membudidayakan jamur merang dimana Jamur Merang dibudidayakan dengan cara pertama, dilakukannya proses pengomposan media tanam (jerami) diamkan 2-3 hari. Kedua, dilakukannya penaburan bibit pada media tanam jamur merang setelah penaburan bibit selesai maka dilakukan proses penyiraman. Dari kegiatan budidaya jamur merang yang dilakukan petani tersebut dalam proses penyiraman dikhawatirkan air yang digunakan untuk menyiram jamur merang tercemar oleh logam berat contohnya yaitu timbal (Pb), karena di daerah tersebut terdapat penampungan limbah B3 atau limbah kimia yang limbahnya dibuang langsung ke sungai yang airnya digunakan untuk menyiram jamur merang tersebut serta memungkinkan jamur merang yang telah dipanen tercemar logam berat timbal (Pb).



Logam berat tersebut dapat terdistribusi ke bagian tubuh manusia dan sebagian akan terakumulasi melalui berbagai perantara, seperti udara, makanan, maupun air yang terkontaminasi oleh logam berat. Selain itu juga pada kandungan jamur merang kemungkinan terdapat logam berat akibat dari kontaminasi air sungai yang digunakan untuk menyiram jamur tersebut. Kontaminasi logam-logam tersebut dapat mempengaruhi dan menyebabkan penyakit pada manusia karena di dalam tubuh unsur yang berlebihan akan mengalami detoksifikasi. Air sering tercemar oleh komponen-komponen anorganik antara lain berbagai logam berat yang berbahaya salah satunya yaitu timbal (Pb). Timbal (Pb) mempunyai arti penting dalam dunia kesehatan bukan karena penggunaan terapinya, melainkan lebih disebabkan karena sifat toksiknya. Absorpsi timbal di dalam tubuh sangat lambat sehingga terjadi akumulasi dan menjadi dasar keracunan yang progresif. Keracunan timbal ini menyebabkan kadar timbal yang tinggi dalam aorta, hati, ginjal, pankreas, paru-paru, otak dan sebagainya.

Menurut peraturan badan pengawasan obat dan makanan (BPOM) Republik Indonesia nomor HK.00.06.1.52.4011 tentang penetapan batas maksimum cemaran kimia dalam makanan. Cemaran yang dapat mencemari produk seperti pada jamur merang dapat berupa cemaran kimia, contohnya logam berat seperti timbal (Pb) (BPOM, 2005). Apabila logam berat masuk ke dalam tubuh maka akan bersifat toksik dan mengganggu kesehatan manusia seperti alergi, karsinogenik dan dalam konsentrasi tinggi dapat menyebabkan kematian.

Dari penjelasan yang telah dipaparkan mengenai cemaran kimia dalam komoditas jamur merang maka perlu dilakukan penelitian tentang analisis cemaran kimia berupa logam berat seperti timbal (Pb) dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) karena mempunyai sensitifitas tinggi dan untuk mengetahui kadar logam berat yang kemungkinan terkandung dalam jamur merang tersebut, dan jika terdapat logam berat apakah memenuhi persyaratan batas cemaran.

## **I.2. Rumusan Masalah**

Apakah pada jamur merang (*Volvariella volvacea*) yang telah dipanen terdapat kandungan logam berat timbal (Pb) dan berapakah kadar cemaran logam berat timbal (Pb) pada jamur merang tersebut?

## **I.3. Batasan Masalah**

Penelitian ini dibatasi hanya sampai dengan menganalisis cemaran logam berat Pb (timbal) yang terkandung dalam jamur merang (*Volvariella volvacea*).

## **I.4. Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui ada atau tidaknya cemaran logam berat timbal (Pb) pada jamur merang serta mengetahui kadarnya menggunakan metode spektrofotometri serapan atom (SSA).

### **I.5. Manfaat Penelitian**

Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat dmemberikan informasi mengenai keamanan pangan jamur merang (*Volvariella volvacea*) didaerah Subang.

## **Bab II** **Tinjauan Pustaka**

### **II.1. Jamur Merang**

Jamur merang adalah sayuran yang sering digunakan dalam berbagai makanan olahan seperti di tumis, pepes, tambahan makanan lainnya, tekstur dan kandungan nutrisi yang lengkap mengakibatkan jamur merang meningkat penggunaannya dan harga jamur merang semakin melambung tinggi (Ichsan, 2011). Berikut adalah klasifikasi Jamur Merang (*Volvariella volvacea*)

Superkingdom	: Eukariota
Kingdom	: Myceteae
Divisi	: Mycota
Subdivisi	: Basidiomycetes
Kelas	: Emycotina
Ordo	: Agaricales
Famili	: Pluteaceae
Genus	: <i>Volvariella</i>
Spesies	: <i>V.volvacea</i>

Jamur ialah makhluk hidup yang tidak bisa membuat makanan sendiri karena bersifat parasit. Dinding sel jamur mengandung selulosa, kitin dan senyawa organik lainnya. bentuk batang tubuh jamur adalah benang yang disebut hifa. Hifa kemudian membentuk benang, yang kemudian berjenjang dan membelah-melah menjadi hifa membedah. Jejaring dan benang menjadi satu unit yang disebut miselium (Gunawan, 2008). Kehidupan Jamur Merang dapat dikatakan tidak begitu menguntungkan, Jamur merang hidup di sisa-

sisa tanaman mati. Pembentukan tubuh jamur dimulai pada bagian kepala jamur (pin), kancing kecil (kancing kecil), kancing (kancing), telur (telur), tahap pemanjangan (perpanjangan) dan dewasa (kematangan). Jamur merang bisa hidup pada suhu 28-32o C. Kelembaban udara 60-80%, dan keasaman (pH) media tanam optimal adalah 4,5-7. batang buah jamur merang berbentuk bulat telur, berwarna abu-abu. tubuh jamur ditutupi oleh membran yang disebut selubung atau kulit jamur. Saat menjadi tua, penutup akan mulai mengembang membentuk cangkir. Diameter kepala jamur merang dapat mencapai 6-8cm dengan warna putih keabu-abuan. (Suharjo, 2006).

Jamur merang bisa digunakan sebagai makanan beking karena mengandung vitamin B kompleks komplek (termasuk riboflavin) dan asam amino esensial yang sudah komplek (Sinaga, 2001). Jamur merang memiliki kandungan gizi yang komplek, yaitu karbohidrat, protein, lemak, dan vitamin B dan C. Jamur merang juga tinggi akan protein. Kandungan mineral pada jamur merang juga bermanfaat bagi manusia, seperti fosfor, kalsium, magnesium, zat besi dan antibiotik potasium. Selain kandungan nutrisi yang lengkap jamur merang juga mempunyai kandungan fiber serabut.

Adapun khasiat jamur merang untuk kebugaran yaitu dapat mengurangi kolesterol jahat dalam tubuh dan menaikkan produksi kolesterol baik, serta dapat menurunkan tekanan darah tinggi dan stroke juga dapat menekan risiko penyakit jantung (Purwati, 2015).

Berikut gambar Jamur merang pada II.1 :



Gambar II. 1 Jamur Merang

## II.2. Cemaran

Cemaran adalah zat berbahaya yang ada dalam makanan, yang datang dari alam atau pabrik makanan, bisa dalam bentuk biologis, kimia dan bentuk lain yang bisa merusak, menyebabkan kerugian dan mencelakakan kesehatan manusia (BPOM. No. 8, 2016).

## II.3. Cemaran Biologis

Menurut BPOM No.52 Tahun (2005) menyatakan bahwa, cemaran biologis adalah cemaran zat biologis dalam makanan, yang dapat berupa cemaran mikroba atau cemaran lainnya (seperti cemaran protozoa dan nematoda).

### a. Cemaran Mikroba

Cemaran mikroba adalah cemaran pada makanan yang datang dari mikroorganisme yang dapat merugikan dan mencelakakan kesehatan manusia (BPOM. No. 13, 2019).

### b. Cemaran Kimia

Cemaran kimia adalah cemaran yang disebabkan oleh unsur-unsur berbahaya atau senyawa kimia yang ada dalam makanan, misalnya makanan yang terkontaminasi logam berat, mikotoksin, antibiotik, sulfonamida atau cemaran kimia lainnya (BPOM, 2005). Cemaran logam berat pada alam berkaitan erat dengan pemakaian logam tersebut oleh manusia. Asal muasal pencemaran logam berat adalah udara, air dan tanah. Selain itu, logam berat akan diserap ke dalam jejaring tumbuhan melalui akar, batang, daun dan buah-buahan, dan kemudian diedarkan melalui rantai makanan. Logam akan menumpuk di jaringan manusia, dan jika kandungan yang dimakan melebihi batas yang diizinkan dapat menyebabkan keracunan (Agustina, 2014). Ada beberapa jenis logam berat, salah satunya adalah timbal (Pb).

c. Logam berat

Logam dibagi menjadi bagian, yaitu logam berat dan logam ringan. Logam berat adalah logam yang beratnya lebih dari atau sama dengan 5 gram per sentimeter kubik, dan logam yang beratnya kurang dari 5 gram per sentimeter kubik adalah logam ringan. Logam berat adalah bahan alami yang ditemukan di kerak bumi yang tidak dapat musnahkan, dan merupakan zat mencelakakan karena dapat mengakibatkan bioakumulasi. Dibandingkan dengan konsentrasi bahan kimia yang ditemukan di alam, bioakumulasi adalah penambahan konsentrasi bahan kimia dalam suatu

organisme selama periode waktu yang panjang (Agustina, 2014).

d. Timbal (Pb)

Timbal adalah logam yang tidak asing dan banyak dipahami secara luas oleh masyarakat. Hal tersebut diakibatkan oleh besarnya jumlah timbal yang dipakai pabrik non-makanan, dan dapat menyebabkan keracunan biologis. Timbal mempunyai titik leleh rendah, mudah dibentuk, dan mempunyai bawaan kimia aktif, sehingga sering dipakai untuk melapisi logam untuk menghindari karat (Agustina, 2014).

Timbal adalah logam biru muda yang lembut dan mengkilap. Logam ini memiliki nomor atom 82 dan berat atom 207,20. Timbal memiliki titik didih  $1740^{\circ}\text{C}$  dan massa jenis  $11,34 \text{ g/cm}^3$  (Widowati, 2008).

Timbal sering dipakai oleh pabrik baterai, kabel, cat (sebagai pewarna), bronzing, pestisida, dan sering dipakai sebagai unsur pengurang panas dalam bensin. Timbal juga dipakai sebagai komponen pateri, dan sebagai perumusan alat kelengkapan pipa sehingga memungkinkan air yang digunakan manusia di rumah terkontaminasi oleh timbal. Timbal bisa masuk ke tubuh melalui makanan dan minuman. Tubuh manusia tidak memerlukan timbal logam berat (Pb). Oleh karena itu, jika makanan terkontaminasi dengan logam berat, tubuh manusia akan melepaskan



sebagian logam berat, dan sisa logam berat akan menumpuk di bagian tubuh tertentu, seperti ginjal, hati, jaringan lemak, dll. (Agustina, 2014).

#### **II.4. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)**

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah langkah analisa zat secara kuantitatif yang penakarannya berlandaskan pada absorbs cahaya dengan panjang aliran tertentu oleh logam dalam posisi lepas (Skoog et al., 2000). Asas analisa SSA adalah interaksi antara energi radiasi dan unsur atom yang dianalisis. SSA banyak digunakan untuk analisis unsur. Atom-atom unsur akan menyerap energi, dan eksitasi atom terjadi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Situasi ini tidak stabil dan akan kembali ke tingkat dasar dengan melepaskan sebagian atau seluruh energinya dalam bentuk radiasi. Frekuensi dan intensitas radiasi yang dipancarkan oleh karakteristik setiap elemen sebanding dengan jumlah atom tereksitasi yang tereksitasi. Teknik ini disebut SEA (spektrofotometer emisi atom). Untuk SSA, kondisi yang berlawanan adalah emisi, yaitu, atom-atom dari atom dasar dikenai sinar radiasi, dan kemudian atom dasar menyerap energi radiasi. Penyerapan ini menyebabkan pengurangan intensitas radiasi yang diberikan. Penurunan intensitas sebanding dengan jumlah atom pada tingkat energi dasar (Riyanto, 2014).

Spektrofotometri serapan atom terdiri dari dua kategori, diantaranya sel atom yang menciptakan atom gas bebas dan sistem optik untuk mengukur sinyal cahaya. Pada langkah spektrofotometri serapan atom, sampel mengalami proses atomisasi, di mana sampel

harus dikonversi menjadi uap atom. Selama proses ini, sampel menguap dan terurai menjadi atom dalam bentuk uap, dan pembentukan atom bebas gas biasanya dilakukan pada tahap berikut (Anshori, Jamaludin Al, 2005) :

- Pengisatan cahaya, pada tahap ini pelarut akan teruapkan dan meninggalkan residu padat.
- Penguapan zat padat, zat padat ini terdisosiasi menjadi atom-atom penyusunnya yang mula-mula akan berada dalam keadaan dasar.
- Beberapa atom akan mengalami aksitasike tingkatan energi yang lebih tinggi.

## II.5. Komponen SSA

Dalam spektrofotometri serapan atom, ada juga beberapa komponen, yaitu :

➤ Sumber Radiasi

Pada spektrofotometri serapan atom, sumber cahaya yang dipakai biasanya berupa lampu katoda berongga (hollow cathode lamp). Lampu ini terdiri dari katoda dan anoda dalam silinder kaca berongga yang terbuat dari kuarsa. Katoda dibuat dari logam yang akan dianalisa. Silinder gelas berisi gas inert tekanan rendah. Ketika potensial listrik diterapkan, muatan positif ion gas akan mengenai katoda, sehingga spektrum emisi kawat logam terjadi (khopkar,1990).

➤ Sel Atom

pada sel atom, sistem atomisasi nyala memiliki dua tahap utama dalam bentuk atomisasi untuk menghasilkan bentuk aerosol yang halus dari larutan sampel dan menguraikan analit menjadi atom bebas gas. Tergantung pada sumber panas yang dipakai, ada dua langkah atomisasi yang dapat dipakai untuk spektrofotometri serapan atom, yaitu atomisasi nyala api bebas gas dan tidak ada nyala atomisasi (atomisasi sempurna). Langkah ini dipakai untuk energi listrik, seperti Atomisasi tungku grafit (atomisasi tungku grafit).

➤ Monokromator

Monokromator adalah komponen yang digunakan untuk mengisolasi salah satu garis resonansi dari sejumlah spektrum yang didapatkan oleh lampu katoda berongga dan mengontrol intensitas energi yang ditransmisikan ke detektor.

➤ Detektor

adalah bagian yang menjadikan energi cahaya menjadi energi listrik yang dihasilkan, yang akan dipakai untuk membuat mata atau alat perekam lainnya untuk membaca sesuatu.

➤ Sistem Pembacaan

adalah anggota yang dapat memperlihatkan angka atau gambar yang bisa dibaca. Perangkat tujuan umum adalah angka yang bisa dibaca pada monitor, dan kemudian dapat

dicetak menggunakan printer (printer data). Gunakan berbagai tombol kontrol (tab) pada papan pembaca.

## **II.6. Cara Kerja**

Cara kerja dari metode ini adalah dengan membandingkan antara absorban larutan sampel dengan larutan standar pembanding untuk memperoleh konsentrasi larutan contoh tersebut. Jadi skala absorban dari SSA dikalibrasi dengan suatu deret standar yang diketahui konsentrasinya. Hasil dari analisis dengan SSA adalah kurva kalibrasi. Dari kurva kalibrasi ini konsentrasi analit dari larutan sampel dapat dicari setelah mengukur absorbannya.

## **II.7. Penyiapan Sampel**

Penyiapan sampel dilakukan untuk memutus ikatan antara unsur logam dengan matriks sampel agar diperoleh logam dalam bentuk bebas sehingga dapat dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom (Raimon, 1993). Sebagian besar teknik analisis yang digunakan di laboratorium, termasuk spektrofotometri serapan atom membutuhkan sampel dalam bentuk cairan. Oleh karena itu, perlu dilakukan ekstraksi atau destruksi bila sampel yang digunakan adalah sampel padatan. Tiga teknik destruksi yang mendasar yaitu destruksi basah, destruksi kering, dan *fusion*. Reaksi yang terjadi pada ketiga teknik destruksi ini dipengaruhi oleh panas yang berasal

dari penangas listrik, *digestor block* dan *microwave* (Anderson, 1999).

#### 1. Destruksi Basah

Destruksi basah yaitu pemanasan sampel organik dengan adanya zat pengoksidasi kuat seperti asam-asam mineral baik tunggal maupun campuran. Jika sampel ditambahkan zat pengoksidasi, lalu dipanaskan pada temperatur yang lebih tinggi dan dipanaskan secara kontinu pada waktu yang cukup lama, maka sampel akan teroksidasi sempurna sehingga meninggalkan berbagai elemen pada larutan asam dalam bentuk senyawa anorganik yang sesuai untuk dianalisis. Destruksi basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam mineral untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud mengurangi kehilangan mineral akibat penguapan. Umumnya destruksi basah menggunakan  $\text{HNO}_3$  karena tidak bereaksi dengan garam seperti halnya  $\text{HCl}$  atau  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Asam peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) dapat ditambahkan untuk meningkatkan kekuatan oksidasi dari destruksi larutan (Holilah, 2016).

#### 2. Destruksi kering

Destruksi kering adalah metode simpel untuk meniadakan senyawa organik, yang hanya membutuhkan waktu relative sebentar dan memiliki akurasi yang baik. Pengeringan dikerjakan dengan membakar bagian organik dan meninggalkan residu anorganik sebagai abu untuk analisa lebih lanjut. Dalam penghancuran kering, suhu abu harus dipertimbangkan karena banyak elemen abu akan menguap pada suhu tinggi. Selain

beruban, suhu juga dapat mengakibatkan senyawa tertentu terurai. Oleh karena itu, suhu pengerasan setiap bahan bervariasi sesuai dengan unsur yang ada dalam bahan. penghancuran kering dapat digunakan untuk analisis hampir semua mineral kecuali merkuri dan arsen. Namun, dalam destruksi kering, karena pemanasan suhu tinggi, beberapa elemen jejak biasanya hilang, dan juga akan ada reaksi antara elemen dan wadah. (Holilah, 2016).

3. Destruksi dengan *microwave*

Destruksi *microwave* merupakan pengembangan dari teknik destruksi basah yang umum digunakan untuk melarutkan logam berat yang terdapat dalam matriks organik sebelum dianalisis oleh instrumen seperti SSA, ICP-MS, dan MP-AES. Teknik destruksi ini menggunakan peralatan khusus dengan paparan gelombang mikro di mana sampel ditempatkan dalam wadah terbuat dari polimer seperti politetraflouroetilen (PTFE) dan kuarsa. Sampel yang sudah ditambahkan senyawa asam kuat seperti HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, HNO<sub>3</sub>, dan HF, baik tunggal maupun campurannya, selanjutnya ditempatkan dalam alat tertutup pada suhu tertentu biasanya sampai 300°C dalam mode isothermal maupun *gradient* suhu. Untuk mempercepat reaksi, tekanan dapat diatur sampai 120 bar (Holilah, 2016).

## II.8. Validasi Metode

Menurut ISO 17025, validasi yaitu verifikasi dengan inspeksi dan memberikan bukti objektif untuk membuktikan bahwa

memenuhi persyaratan tertentu untuk tujuan tertentu. Menurut standar jaminan kualitas laboratorium pengujian DNA forensik, validasi yaitu cara mengevaluasi proses untuk menentukan kemustajaban dan kemahiran analisis. Untuk memperlihatkan bahwa cara ini tepat untuk sasaran yang dimaksud, sasaran dari metode validasi itu sendiri adalah untuk meyakinkan dan memverifikasi bahwa metode analisisnya sesuai dengan namanya. Validasi metode umumnya digunakan untuk metode analitik yang baru dilakukan dan diperluas (Riyanto, 2014).

#### 1. Linearitas

Linearitas adalah kesanggupan dalam memperoleh hasil pengukuran yang sebanding dengan konsentrasi analit dalam sampel, secara langsung atau melalui konversi matematis dalam jangka waktu tertentu. Dari kurva kalibrasi, linearitas dapat dijelaskan berdasarkan matematis sebagai perumpamaan linear. Spektrofotometri serapan atom membutuhkan penggunaan setidaknya 5 solusi standar untuk mendapatkan pembacaan kandungan logam maksimum (kisaran mendekati 1 atau lebih besar) (sa'adah, 2014).

#### 2. Batas deteksi dan batas kuantisasi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas (Harmita, 2004). Batas kuantisasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai

kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksamaan (Harmita, 2004).

Batas deteksi (BD) dihitung dengan menggunakan rumus:

$$BD = \frac{3sy/x}{slope}$$

Batas kuantitas (BK) dihitung dengan menggunakan rumus:

$$BK = \frac{\frac{10sy}{x}}{slope}$$

### 3. Akurasi

Akurasi adalah kadar yang digunakan untuk memperlihatkan seberapa dekat hasil analisis dengan tingkat aktual analit. Akurasi dapat dibidang sebagai persen peelehan kembali analit yang ditambahkan (Riyanto, 2014). Akurasi dapat dipastikan oleh dua cara , yaitu cara simulasi (spiked placebo recovery) dan penambahan baku (metode penambahan baku). Pada cara simulasi, berbagai analit zat alami (senyawa perbandingan kimia CRM atau SRM) ditambahkan ke campuran sediaan farmasi (plasebo), dan kemudian campuran dianalisis, dan hasilnya dibandingkan dengan yang ditambahkan analit. Level (level normal) untuk perbandingan. Dalam cara penambahan standar, sampel dianalisa terlebih dahulu, kemudian sejumlah analit ditambahkan ke sampel, kemudian dicampur dan dianalisis. Bandingkan perbedaan antara dua hasil dengan tingkat aktual (Holilah, 2016).



#### 4. Presisi

Presisi adalah kadar yang memperlihatkan derajat kesinkronan antara hasil uji individual, diukur melalui desiminasi hasil individual dari rata-rata jika kebijakan diterapkan secara refetitif pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Riyanto, 2014). Presisi dinyatakan sebagai *Standar Deviasi* (SD) atau *Relative Standar Deviasi* (RSD). Barometer seksama diberikan jika metode memberikan *Relative Standar Deviasi* kurang dari atau sama dengan 2%. Namun barometer ini bersifat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium (Holilah, 2016).

### **II.9. Analisis kualitatif dengan metode SSA**

Untuk keperluan analisis kualitatif dengan SSA, sampel harus dalam bentuk larutan. Untuk menyiapkan larutan. Ada beberapa cara untuk melutkan sampel, yaitu:

1. Langsung dilarutkan dalam pelarut yang sesuai
2. Sampel dilarutkan dalam suatu asam
3. Sampel dilarutkan dalam suatu basa atau dilebur dahulu dengan basa kemudian hasil leburan dilarutkan dalam pelarut yang sesuai.

Ada beberapa metode analisis kuantitatif yang sesuai dengan metode SSA, yaitu :

1. Dengan kurva kalibrasi

SSA tidak sama dengan metode mutlak. Membandingkan dengan standar adalah cara umum untuk metode kualitatif. Dengan memasukkan larutan konsentrasi tertentu dalam sistem dan kemudian melakukan pengukuran, kurva kalibrasi dapat dibuat dalam SSA. Sifat kimia dan fisik dari larutan standar dan sampel harus identik. Larutan standar dalam sampel harus disimpan dalam botol polietilena karena sebagian logam dapat diserap pada permukaan kaca. Setiap hari, larutan standar dengan konsentrasi lebih rendah (kurang dari mg / L) harus melebihi larutan stok terkonsentrasi untuk menyiapkan setidaknya 4 larutan standar dan 1 sampel kosong untuk menyiapkan kurva kalibrasi linier untuk menunjukkan bahwa hubungan antara absorbansi melebihi Rentang absorbansi dari kurva kalibrasi kemudian diharuskan diencerkan atau dipekatkan. Penyerapan atom mengikuti hukum Lambert Beer's karena menggunakan proses penyerapan.

2. Metode perbandingan langsung

Cara ini hanya bisa dilakukan jika telah diketahui bahwa kurva baku hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi merupakan garis lurus dan melewati titik nol. Cara yang dikerjakan adalah hanya dengan mengukur absorbansi larutan baku ( $A_b$ ) dengan konsentrasi tertentu ( $C_b$ ) pada satu

konsentrasi saja, lalu dibaca juga absorbansi larutan sampel ( $A_s$ ). Kadar sampel ( $C_s$ ) dihitung dengan rumus:

$$C_s = \frac{A_s}{A_b} \times C_b$$

Keterangan:

$C_s$  = konsentrasi sampel

$A_s$  = absorbansi sampel

$C_b$  = konsentraasi baku

$A_b$  = absorbansi baku

3. Metode dua baku

Cara ini adaptasi dari cara (1) dan cara (2). Dibuat masing-masing 2 buah larutan baku yang konsentrasinya sedikit lebih rendah dan lebih tinggi dari konsentrasi sampel (konsentrasi baku yang dibuat kira-kira konsentrasi 1-5% dari konsentrasi sampel  $\pm 5\%$ ). Keuntungan cara ini adalah konsentrasi larutan baku mendekati konsentrasi larutan sampel sehingga akan diperoleh presisi dan akurasi yang baik.

4. Metode standar adisi (cara penambahan baku)

Metode ini digunakan jika jumlah matriks tidak diketahui atau bervariasi dari satu ke yang lain, maka metode standar adisi sering digunakan. Metode ini digunakan untuk menghindari gangguan-gangguan, baik gangguan kimia atau gangguan spectrum.