BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

1.1. Preparasi Sampel

Penentuan kadar cemaran logam dalam sampel obat dan suplemen ditentukan dengan metode kurva kalibrasi menggunakan spektrofotometer serapan atom. Sampel yang dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom harus berbentuk cair, maka sampel obat dan suplemen dipreparasi hingga berbentuk larutan. Preparasi dilakukan dengan metode destruksi kering dan metode destruksi basah. Metode destruksi kering dilakukan pada penentuan logam Pb dan Cd, sampel ditambahkan $Mg(NO_3)_2$ 50% dan diabukan dalam tanur selama 3 jam dengan suhu 500ºC untuk memutus rantai senyawa organik sehingga logam menjadi senyawa anorganik.

1.2.Pembuatan kurva kalibrasi

Kurva kalibrasi adalah metode yang digunakan untuk menentukan kadar suatu zat dalam sampel menggunanakan deret seri larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya. Konsentrasi larutan standar yang membentuk deret seri dianalisis menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan panjang gelombang yang sama dengan pengukuran sampel. Hasil serapan dari deret seri standar yang membentuk garis lurus (*liniear*) yang menyatakan hubungan antara konsentrasi zat dalam larutan standar dengan respon serapan dari instrumen. Hubungan linier antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansi akan membentuk persamaan sebagai berikut:

$$Y = ax + b$$

Y = Absorbansi

x = konsentrasi analit

a = kemiringan (*slope*)

b = intersep (*intercept*)

Intersep adalah nilai respon instrumen terhadap blanko dengan nilai idealnya adalah nol. Kemiringan atau *slope* adalah nilai sensitifitas dari metode pengujian, semakin besar nilai kemiringan maka semakin besar nilai kesensitifan

metode tersebut. Korelasi antara konsentrasi analit (x) dengan respon instrument (absorbansi) diungkapkan sebagai koefisien korelasi (R). Menurut EPA, nilai korelasi minimum untuk pengujian logam ialah 0,995.

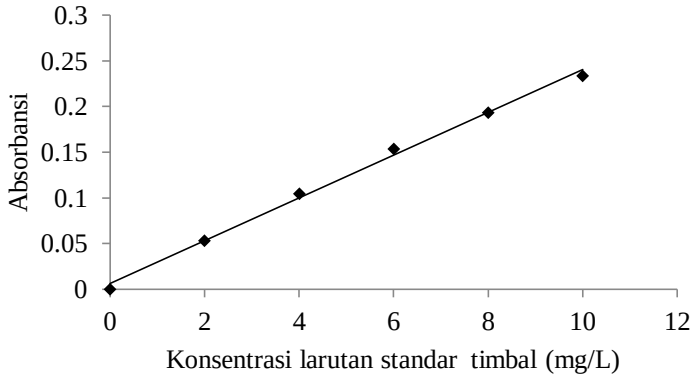
1.2.1. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Timbal (Pb)

Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan larutan standar timbal konsentrasi 0, 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L. Deret standar dibuat dengan mengencerkan larutan induk Pb 1000 mg/L menjadi deret konsentrsi ke dalam labu ukur 100 mL. Deret standar dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 217 nm sesuai dengan optimasi yang telah dilakukan. Data hasil serapan deret standar disajikan dalam Tabel 4.1

Tabel 4.1 Data Absorbansi Larutan Standar Timbal

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
2	0,0536
4	0,1047
6	0,1538
8	0,1936
10	0,2340

Kurva kalibrasi standar Timbal (Pb) merupakan hubungan linier antara konsentrasi standar Timbal (Pb) dengan absorbansi yang diperoleh dari respon instrumen yang disajikan pada Grafik 4.1



Grafik 4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal

Berdasarkan Gambar 4.1 dapat dikatakan bahwa semakin besar konsentrasi maka absorbansi yang diperoleh akan semakin besar atau konsentrasi berbanding

lurus dengan absorbansi. Linearitas kurva kalibrasi, linieritas yang didapat oleh standar timbal adalah y = 0,0234x + 0,0062 dengan regresi sebesar 0,996. Menurut EPA, nilai regresi linier yang baik lebih tinggi atau sama dengan 0,995. Nilai regresi pada kurva kalibrasi standar logam timbal dapat dikatakan baik karena lebih besar dari standar yang ditetapkan EPA yaitu 0,996.

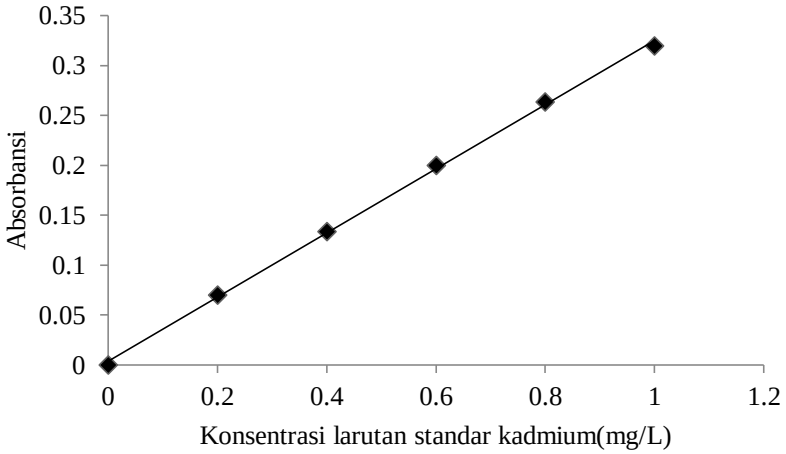
1.2.2. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Kadmium (Cd)

Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan larutan standar kadmium konsentrasi 0;0,2;0,4;0,6;0,8 dan 1 mg/L. Deret standar dibuat dengan mengencerkan larutan induk Cd 1000 mg/L menjadi deret konsentrsi ke dalam labu ukur 100 mL. Deret standar dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 228,8 nm sesuai dengan optimasi yang telah dilakukan. Data hasil serapan deret standar disajikan dalam Tabel 4.2

Tabel 4.2 Data Absorbansi Larutan Standar Kadmium

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
0,2	0,0698
0,4	0,1336
0,6	0,2000
0,8	0,2637
1	0,3199

Kurva kalibrasi standar kadmium (Cd) merupakan hubungan linier antara konsentrasi standar kadmium (Cd) dengan absorbansi yang diperoleh dari respon instrumen yang disajikan pada Grafik 4.2



Grafik 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Kadmium

Berdasarkan Gambar 4.2 dapat dikatakan bahwa semakin besar konsentrasi maka absorbansi yang diperoleh akan semakin besar atau konsentrasi berbanding lurus dengan absorbansi. Linearitas kurva kalibrasi, linieritas yang didapat oleh standar timbal adalah y = 0,3208x + 0,0048 dengan regresi sebesar 0,999. Menurut EPA, nilai regresi linier yang baik lebih tinggi atau sama dengan 0,995. Nilai regresi pada kurva kalibrasi standar logam kadmium dapat dikatakan baik karena lebih besar dari standar yang ditetapkan EPA yaitu 0,999.

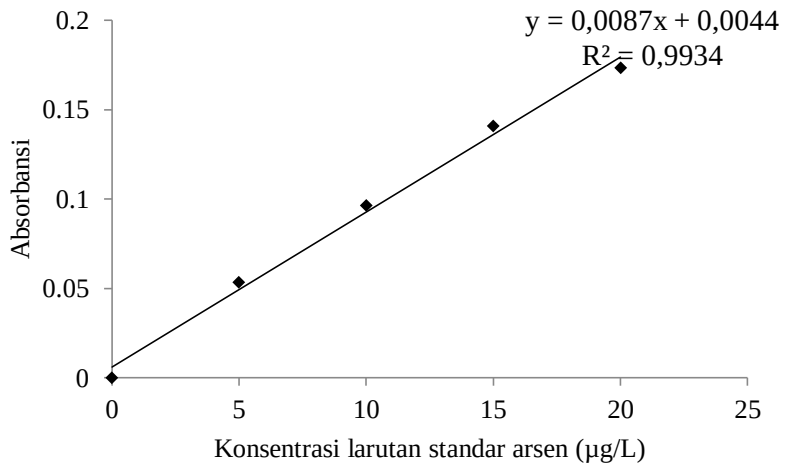
1.2.3. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Arsen (As)

Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan larutan standar arsen konsentrasi 0, 5, 10, 15 dan 20 µg/L. Deret standar dibuat dengan mengencerkan larutan induk arsen 1000 mg/L dengan larutan HCl 10% menjadi deret konsentrasi ke dalam labu ukur 100 mL. Deret standar dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 193,7 nm sesuai dengan optimasi yang telah dilakukan. Data hasil serapan deret standar disajikan dalam Tabel 4.3

Tabel 4.3 Data Absorbansi Larutan Standar Arsen

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0
5	0,0533
10	0,0964
15	0,1407
20	0,1732

Kurva kalibrasi standar arsen (As) merupakan hubungan linier antara konsentrasi standar arsen (As) dengan absorbansi yang diperoleh dari respon instrumen yang disajikan pada Grafik 4.3



Grafik 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Arsen

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat dikatakan bahwa semakin besar konsentrasi maka absorbansi yang diperoleh akan semakin besar atau konsentrasi berbanding lurus dengan absorbansi. Linearitas kurva kalibrasi, linieritas yang didapat oleh standar timbal adalah y = 0,0087x + 0,0048 dengan regresi sebesar 0,9934. Menurut EPA, nilai regresi linier yang baik lebih tinggi atau sama dengan 0,995. Nilai regresi pada kurva kalibrasi standar logam arsen dapat dikatakan kurang baik karena lebih kecil dari standar yang ditetapkan EPA yaitu 0,9934.

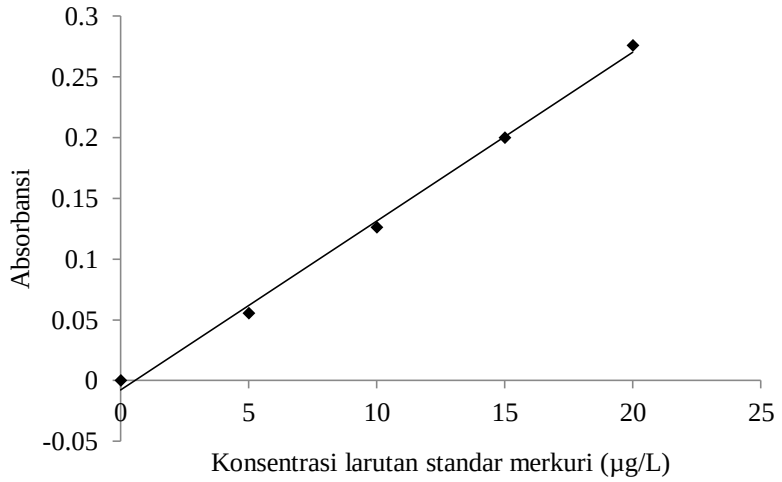
1.2.4. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Merkuri (Hg)

Pembuatan kurva kalibrasi menggunakan larutan standar Merkuri konsentrasi 0, 5, 10, 15 dan 20 µg/L. Deret standar dibuat dengan mengencerkan larutan induk Hg 1000 mg/L dengan larutan HNO_3 10% menjadi deret konsentrasi ke dalam labu ukur 100 mL. Deret standar dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 253,7 nm sesuai dengan optimasi yang telah dilakukan. Data hasil serapan deret standar disajikan dalam Tabel 4.4

Tabel 4.4 Data Absorbansi Larutan Standar Merkuri

Konsentrasi	Absorbansi
0	0
5	0,0553
10	0,1259
15	0,1998
20	0,2755

Kurva kalibrasi standar merkuri (Hg) merupakan hubungan linier antara konsentrasi standar merkuri (Hg) dengan absorbansi yang diperoleh dari respon instrumen yang disajikan pada Grafik 4.4



Grafik 4.4 Linieritas Standar Logam Merkuri (Hg)

Berdasarkan Gambar 4.4 dapat dikatakan bahwa semakin besar konsentrasi maka absorbansi yang diperoleh akan semakin besar atau konsentrasi berbanding lurus dengan absorbansi. Linearitas kurva kalibrasi, linieritas yang didapat oleh standar

timbal adalah y = 0,0139x - 0,0083 dengan regresi sebesar 0,9967. Menurut EPA, nilai regresi linier yang baik lebih tinggi atau sama dengan 0,995. Nilai regresi pada kurva kalibrasi standar logam arsen dapat dikatakan kurang baik karena lebih kecil dari standar yang ditetapkan EPA yaitu 0,9967.

1.3. Hasil pengujian

Analisis konsentrasi cemaran logam berat pada sampel obat dan suplemen dilakukan secara spektrofotometri serapan atom berdasarkan PerKA BPOM No. 12 Tahun 2014 tentang Persyaratan Mutu Obat Tradisional. Pengukuran konsentasi logam berat timbal, arsen, kadmium dan merkuri dilakukan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom karena dinilai lebih efektif dan mudah. Pengukuran menggunakan alat spektrofotometer serapan atom yang dilengkapi dengan lampu katoda yang sesuai dengan jenis logam yang dianalisa. Spektrofotometer serapan atom dioptimasi terlebih dahulu sebelum digunakan. Optimasi dilakukan untuk mendapatkan kondisi optimum alat saat pengukuran. Konsentrasi logam timbal, merkuri, arsen, dan kadmium dapat dilihat pada Tabel 4.5

Tabel 4.5 Hasil Pengukuran Konsentrasi Logam Berat pada Sampel Obat dan Suplemen dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom

Sampel	Jenis Logam	Kadar (mg/Kg)	Presisi	LOD	LOQ
Obat Wasir	Pb	Tidak Terdeteksi	1,87	0,7926	2,6419
	Cd	Tidak Terdeteksi	6,81	0,0379	0,1265
	As	0,0481 ± 0,0072	23,92	1,9356	6,4521
	Hg	$2,2.10^{-4} \pm 1,95.10^{-5}$	0,32	1,3585	4,5285
Suplemen	Pb	Tidak Terdeteksi	1,10	0,7926	2,6419
	Cd	Tidak Terdeteksi	1,94	0,0379	0,1265
	As	0,1148 ± 0,0157	6,01	1,9356	6,4521
	Hg	$4,1.10^{-5} \pm 2,28.10^{-6}$	29,41	1,3585	4,5285

Berdasarkan Tabel 4.5 dapat dilihat konsentrasi cemaran logam tidak melebihi batas maksimum dari standar yang ditetapkan PerKA BPOM No 12 tahun 2014 yaitu kosentrasi logam timbal pada sampel tidak terdeteksi, sedangkan batas maksimum logam timbal ialah 10 mg/Kg. Kosentrasi logam kadmium pada sampel tidak terdeteksi, sedangkan batas maksimum logam kadmium ialah 0,3 mg/Kg. Kosentrasi logam arsen pada sampel obat ialah 0,00963 mg/Kg pada sampel suplemen sebesar 0,0229 mg/Kg sedangkan batas maksimum logam arsen ialah 5 mg/Kg. Kosentrasi logam merkuri pada sampel obat ialah $2,20 \times 10^{-5}$ mg/Kg pada sampel suplemen sebesar $2,42 \times 10^{-5}$ mg/Kg sedangkan batas maksimum logam timbal ialah 0,5 mg/Kg.

Relative percent difference pengulangan pengujian yang bertujuan untuk mengukur keragaman nilai hasil pengujian terhadap sampel yang sama dari seorang analis dengan menggunakan metode pengujian dan peralatan tertentu dalam interval waktu yang sesingkat mungkin. Nilai RPD yang baik ialah tidak lebih dari 10%. Nilai RPD pada pengukuran kadar cemaran logam pada sampel obat dan suplemen masih dibawah batas maksimum RPD yang baik kecuali pada sampel obat parameter logam arsen dan sampl suplemen parameter logam merkuri.

Limit of detection (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. *Limit of quatification* (LOQ) merupakan parameter pada analisis dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Nilai LOD dan LOQ pada pengukuran cemaran logam berat dapat dilihat pada Tabel 4.6. Nilai LOD dan LOQ pada pengukuran cemaran logam melebihi batas yang terbaca oleh alat kecuali nilai LOD dan LOQ pada logam arsen.