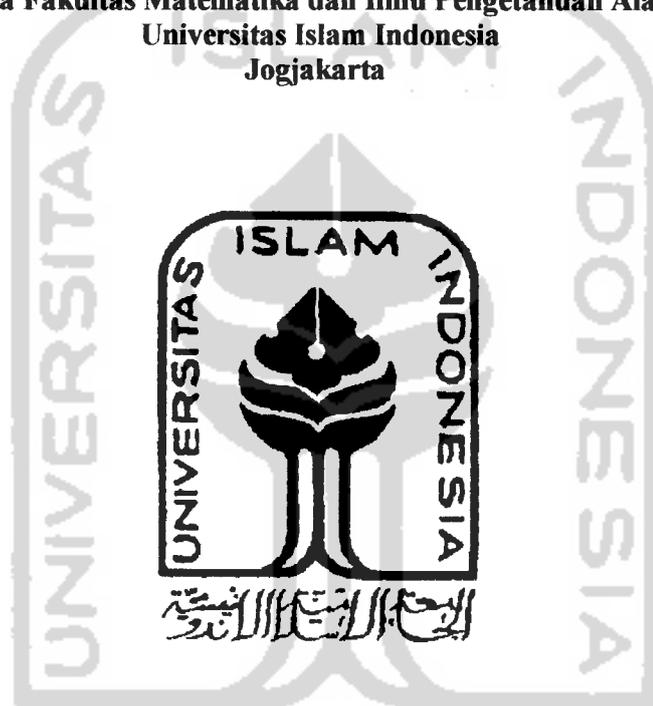


**ANALISIS TIMBAL (Pb) DAN KADMIUM (Cd)
DALAM SAMPEL AIR DAN IKAN PATIN (*Pangasius sutchi*)
DI SUNGAI KALISARI SURABAYA
DENGAN METODE EKSTRAKSI DITIZON
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si.) Program Studi Ilmu Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta**



Diajukan Oleh :

SUYANTO

No. MHS : 99612028

**JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
2004**

**ANALISIS TIMBAL (Pb) DAN KADMIUM (Cd)
DALAM SAMPEL AIR DAN IKAN PATIN (*Pangasius sutchi*)
DI SUNGAI KALISARI SURABAYA
DENGAN METODE EKSTRAKSI DITIZON
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

Oleh :

SUYANTO
No Mhs : 99612028

Telah dipertahankan dihadapan Panitia Penguji Skripsi
Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia

Tanggal : 23 Juni 2004.....

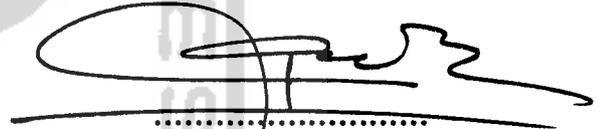
Dewan Penguji

Tanda tangan

1. Riyanto, M.Si



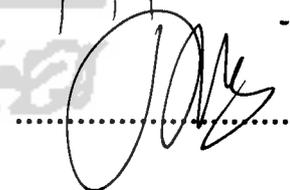
2. Drs. Allwar, M.Sc



3. Is Fatimah, M.Si



4. Dwiarso Rubiyanto, S.Si



Mengetahui,
Dekan Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia



(Jaka Ngraha, M.Si)

HALAMAN MOTTO

“Dan Dia-lah yang menjadikan kamu penguasa-penguasa di bumi dan meninggikan sebagian dari kamu atas sebagian (yang lain) beberapa tingkat untuk mengujimu atas apa yang diberikan-Nya kepadamu.”
(Q.S Al-An’am 165)

Jangan Pernah Menangisi sesuatu yang sudah terjadi, walaupun sedih, tetaplah tersenyum... kelak kebahagiaan muncul sebagai hadiah atas kepedihan yang Kamu alami.....

“Dialah yang menjadikan manusia tertawa dan Menangis”
(Q.S An Najm 43)

Jika Kamu ingin bahagia di dunia, maka carilah dengan ilmu.....

Jika Kamu ingin bahagia di Akhirat raihlah dengan ilmu.....

“Dan jika Kamu ingin bahagia di dunia dan akhirat itu juga dengan ilmu”
(H.R Muslim)

Keyakinan datang membawa sebarang harapan

Berkaca dalam hati, bercermin dalam diri

Ketenangan dan Kesabaran slalu mengiringi

Dingin, Sepi, Sunyi, menemani Ragaku.....

Yang Teringat Senyuman wajahmu menghiasi jiwaku.....

Tak kenal lelah, tanpa batas dirimu hadir mengisi hatiku... (yanda, 23 jan, 2004)



HALAMAN PERSEMBAHAN

**Rasa Syukur Kepada Allah SWT
Shalawat dan salam terhadap Junjungan Umat Islam Nabi Muhammad SAW
Karya kecilku ini Kupersembahkan**

**Teruntuk Emak Suyatni dan Bapak Paimin tanpa lelah, tanpa keluh kesah,
tanpa batas slalu mencurahkan kasih sayangnnya kepadaku walaupun seringkali
anakmu ini menyusahkan, membuat pikiran, menambahi beban dan berapa kali
pula tetesan air mata yang harus keluar untuk menasehatiku, membimbingku,
dan mengarahkanku ke jalan yang benar.**

**Kakek dan Nenek di desa yang tetap memberikan semangat
dan smoga senantiasa diberikan kesehatan slalu.**

**Untuk adik-adikku Dwi, Yani dan sepupuku yang lain
Kalian sebagai inspirasi bagiku dan harapanku kelak kalian harus mampu
melebihi atas apa yang aku dapatkan saat ini**

*Spesial yang ada di hati (yanda, 23 Jan 04)
"Banyak yang aku dapatkan dari dirimu"*

*Sampai Hari ini, Jam ini, Menit ini, dan Detik ini tanpa lelah, tanpa batas
Kamu dengan setia menungguku*

**Kanggo arek-arek kost eks HMK Crew Derry, Thoriq, Hery, Simbah, Hadi,
Ferdong, Babay, Bang Yoss and Om Jamal with Cirio and CNI-nya
makasih atas sharing, curhat dan motivasinya**

**Buat Uthe, Fatimah, Iphoenix, Novie manis, Gubux ijo Mr Upu, Reno
Ta2ng, Aday, Aldi dan yang laen
makasih atas persahabatan selama ini**

**Teater Cangkir with The all Crew, Cah2 kimia 99 Yuli, Reni, Bheta, Rini,
Ratih, Riva, Mela, Erika, Ida, nia, ira, wa2t dan yang laen makasih udah
menjadi rekan satu angkatan millennium, DPM-LEM tetap berjuang slalu.**

**Dan juga rekan-rekan laen yang belum tersebutkan satu persatu
Hanya ucapan terima kasih yang bisa aku ucapkan semoga ada balasan
tersendiri bagi kalian...**

**Lima tahun bersama Kimia, kelak aku berharap suatu saat dapat
memberikan yang terbaik bagi agamaku, diriku, Ilmu Pengetahuan, dan
Kehidupan Dunia Akhirat. Amiiin...**

**Teater
Cangkir
Crew**

Universitas Islam Indonesia

KATA PENGANTAR

Puji Syukur kehadirat Allah SWT atas limpahan rahmat, hidayah dan ridhanya. Shalawat dan salam semoga tetap tercurahkan atas junjungan kita Nabi Muhammad SAW sebagai suri tauladan manusia sampai akhir jaman sehingga penelitian tentang analisis Pb dan Cd dalam sampel air dan ikan di sungai Kalisari Surabaya dengan metode ekstraksi ditizon menggunakan SSA dapat dilaksanakan dan dalam penyusunan skripsi dapat berjalan dengan lancar.

Skripsi dengan judul analisis timbal (Pb) dan kadmium (Cd) dalam sampel air dan ikan di sungai Kalisari Surabaya dengan metode ekstraksi ditizon menggunakan SSA ini merupakan salah satu syarat yang harus ditempuh oleh mahasiswa untuk menyelesaikan pendidikan Sarjana Strata satu (S1) pada Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.

Dengan terselesaikannya skripsi ini, penyusun ingin menghaturkan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Jaka Nugraha, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Bapak Riyanto, M.Si. selaku Dosen Pembimbing I dan Ketua Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran selama penyusunan proposal, penelitian sampai penyusunan skripsi.

3. Bapak Drs. Allwar M.Sc. selaku Dosen Pembimbing II yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran selama penyusunan proposal dan penyusunan skripsi.
4. Ibu Is Fatimah M.Si. selaku kepala laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia, beserta staf, Pak Tatang, pak Dwiarso, pak Dwi dan Pak Irmansyah yang telah membantu selama penelitian.
5. Rekan-rekan mahasiswa Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia yang telah banyak membantu khususnya rekan-rekan HMK yang memberi dukungan moril sampai skripsi ini selesai.
6. Dan semua pihak yang tidak dapat kami sebutkan satu persatu. Semoga Allah SWT mencatat amal kebajikannya sebagai amal jariah. AMIN..

Akhir kata, penyusun sangat menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu kritik dan saran sangat diperlukan demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Jogjakarta, Juni 2004

Penyusun,

DAFTAR ISI

	Hal
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN MOTTO.....	iii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR TABEL.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
INTISARI.....	xiv
ABSTRACT.....	xv
BAB I. PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	5
1.3. Tujuan Penelitian	5
1.4. Manfaat Penelitian	6
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Ikan.....	7
2.2. Interaksi Air dan Ikan Dalam Ekosistem.....	8
2.3. Pengertian Tentang Pencemaran.....	9



2.4. Langkah-langkah Analisis Ikan.....	10
BAB III. LANDASAN TEORI	
3.1. Pengertian Logam Berat.....	13
3.1.1. Timbal	14
3.1.2. Kadmium.....	16
3.2. Ekstraksi.....	17
3.3 Spektrofotometri Serapan Atom	19
3.3.1. Teori Spektrofotometri Serapan Atom.....	19
3.3.2. Komponen Utama SSA.....	21
3.3.3. Gangguan Dalam SSA.....	22
3.3.4. Hukum Lambert Beer.....	23
3.3.5. Diagram Alat Spektrofotometri Serapan Atom.....	25
3.4. Uji Statistik Anova Dua Arah.....	26
3.5. Hipotesis.....	27
BAB IV. METODOLOGI PENELITIAN	
4.1. Alat Dan Bahan Yang Digunakan	28
4.1.1. Alat Yang Digunakan.....	28
4.1.2. Bahan Yang Digunakan.....	28
4.2. Sampling.....	29
4.3. Cara Penelitian.....	30
4.3.1. Pembuatan Reagen.....	30
4.3.2. Preparasi Sampel.....	31
4.3.3. Penentuan Pb Dan Cd Dalam Sampel Ikan dengan	

Ekstraksi Ditizon.....	31
4.3.4. Penentuan Pb Dan Cd Dalam Sampel Air dengan Ekstraksi Ditizon.....	32
BAB V. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
5.1. Kalibrasi Larutan Standar Timbal.....	34
5.2. Kalibrasi Larutan Standar Kadmium	36
5.3. Penentuan Kandungan Pb Dan Cd Dalam Sampel.....	38
5.4. Uji Statistik Kandungan Pb Dan Cd Sampel Air Dan Ikan.....	41
5.4.1. Uji Pengaruh Lokasi Pengambilan Sampel terhadap Kandungan Pb dan Cd dalam Air.....	41
5.4.2. Uji Pengaruh Lokasi Pengambilan Sampel terhadap Kandungan Pb dan Cd dalam Ikan.....	43
5.4.3. Uji Pengaruh Lokasi Pengambilan Sampel Air Dan Ikan terhadap Kandungan Pb	45
5.4.4. Uji Pengaruh Lokasi Pengambilan Sampel Air Dan Ikan terhadap Kandungan Cd	46
BAB VI. KESIMPULAN DAN SARAN	
6.1. Kesimpulan.....	47
6.2. Saran.....	47

Daftar Pustaka

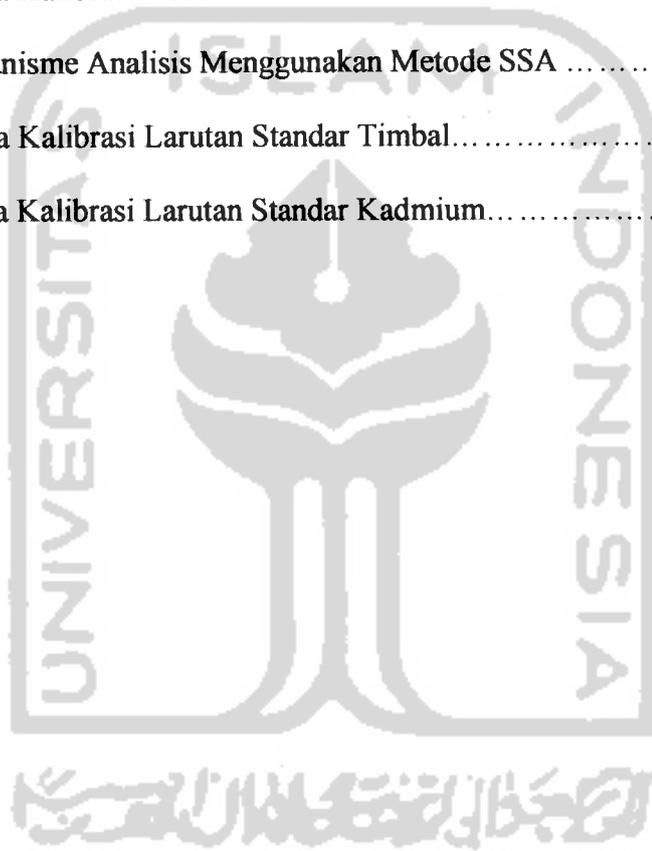
Lampiran

DAFTAR TABEL

	hal
Tabel 1. Rumus Perhitungan Uji Statistik.....	26
Tabel 2. Kandungan Pb dan Cd Sampel Air	35
Tabel 3. Kandungan Pb dan Cd Sampel Ikan	35
Tabel 4. Analisis Pb dan Cd dalam Air dibandingkan dengan Standar Baku Mutu Kualitas Air Dan Pengendalian Pencemaran Air....	40
Tabel 5. Analisis Pb dan Cd dalam Ikan dibandingkan dengan Standar Baku Mutu Dalam Daging Ikan.....	40
Tabel 6. Data Pengaruh Kandungan Pb Air Dan Cd air Pada Lokasi Pengambilan Sampel.....	41
Tabel 7. Data Pengaruh Kandungan Pb ikan Dan Cd ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel.....	43
Tabel 8. Data Pengaruh Kandungan Pb Air Terhadap Pb Ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel.....	45
Tabel 9. Data Pengaruh Kandungan Cd Air Terhadap Cd Ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel.....	46

DAFTAR GAMBAR

	hal
Gambar 1. Struktur Ditizon.....	18
Gambar 2. Mekanisme Pengikatan Ion Logam dengan Pengompleks Ditizon.....	19
Gambar 3. Kurva Kalibrasi Absorbansi <i>versus</i> Konsentrasi.....	24
Gambar 4. Mekanisme Analisis Menggunakan Metode SSA	25
Gambar 5. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal.....	34
Gambar 6. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Kadmium.....	36



DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1. Kondisi Optimum Operasional SSA Dalam Analisis Sampel Timbal Dan Kadmium
- Lampiran 2. Perhitungan nilai Sa, Sb dan limit deteksi pada Standarisasi Timbal
- Lampiran 3. Absorbansi Larutan Standar Pb Pada Berbagai Konsentrasi
- Lampiran 4. Perhitungan nilai Sa, Sb dan limit deteksi pada Standarisasi Kadmium
- Lampiran 5. Absorbansi Larutan Standar Cd Pada Berbagai Konsentrasi
- Lampiran 6. Data Hasil Serapan Sampel Air Dan Ikan Logam Pb dan Cd Dengan SSA
- Lampiran 7. Perhitungan Konsentrasi Pb Dan Cd Sampel Air Dan Ikan
- Lampiran 8. Gambaran Data Kandungan Logam Pb Dan Cd Sampel Air Dan Ikan
- Lampiran 9. Data Pengaruh Lokasi Sampel Terhadap Kandungan Pb Air Dan Cd Air
- Lampiran 10. Data Pengaruh Lokasi Sampel Terhadap Kandungan Pb Ikan Dan Cd Ikan
- Lampiran 11. Data Pengaruh Kandungan Pb air Terhadap Pb Ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel
- Lampiran 12. Data Pengaruh Kandungan Cd air Terhadap Cd Ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel

Lampiran 13. Pembuatan Reagen

Lampiran 14. Sistematika Kerja Penelitian yang dilakukan



**ANALISIS TIMBAL (Pb) DAN KADMIUM (Cd) DALAM SAMPEL
AIR DAN IKAN PATIN (*Pangasius sutchi*)
DI SUNGAI KALISARI SURABAYA
DENGAN METODE EKSTRAKSI DITIZON
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM**

INTISARI

Suyanto
No. Mhs. : 99612028

Telah dilakukan penentuan timbal (Pb) dan kadmium (Cd) dalam sampel air dan ikan Patin yang diambil dari tiga lokasi pengambilan sampel di sungai Kalisari Surabaya dengan metode ekstraksi ditizon menggunakan spektrofotometer serapan atom. Diperoleh kandungan logam Pb untuk masing-masing lokasi (0,0378, 0,0540 dan 0,1134) ppm untuk sampel air sedangkan sampel ikan (18,000, 14,400 dan 11,700) µg/gr. Kandungan logam Cd pada masing-masing lokasi (0,0415, 0,0554 dan 0,0553) ppm untuk sampel air sedangkan sampel ikan (2,357, 2,033 dan 1,848) µg/gr. Hasil penelitian ini didapat dari kondisi pH analit pada waktu ekstraksi sebesar 9 untuk logam Pb dan pH 11 untuk logam Cd. Sedangkan konsentrasi ditizon masing-masing ekstraksi sebesar $5 \cdot 10^{-4}$ M.

Lokasi pengambilan sampel memberikan pengaruh terhadap penentuan Pb dan Cd dalam sampel ikan. Sedangkan Pb dan Cd pada air tidak dipengaruhi oleh lokasi sampel. Hasil yang diperoleh pada penelitian terhadap sampel air menunjukkan lebih dari batas maksimum berdasarkan SK peraturan pemerintah nomor 82 tahun 2001, sedangkan sampel ikan juga melebihi batas maksimum yang diijinkan oleh BPOM nomor 03725/B/SK/89.

kata kunci : *ekstraksi ditizon, timbal, kadmium, spektrofotometer serapan atom*



**LEAD (Pb) AND CADMIUM (Cd) ANALYSIS
OF WATER AND PATIN FISH (*Pangasius Sutchi*) SAMPLES
IN SURABAYA KALISARI RIVER'S
WITH EXTRACTION DITHIZONE METHOD
USING BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROFOTOMETRY**

ABSTRACT

Suyanto

Student Number : 99612028

Have been conducted determination of lead (Pb) and cadmium (Cd) obstetrical in water and Patin fish samples which taken from three different locations in Surabaya Kalisari river's with dithizone extraction method using by atomic absorbtion spectrofotometry. Have obtained that degree of Pb and Cd for each location is (0,0378, 0,0540 and 0,1134) ppm for water sample while for fish one is (18,000, 14,400 and 11,700) $\mu\text{g}/\text{gr}$. Degree of Lead (Cd) for each location is (0,0415, 0,0554 and 0,0553) ppm for water sample while for fish one is (2,357, 2,033 and 1,848) $\mu\text{g}/\text{gr}$. The result of this research obtained from analyt pH condition when extraction is scored 9 for Pb and pH 11 for Cd while dithizone concentration for each extraction is scored $5 \cdot 10^{-4}$ M.

The sample withdrawal location gave an influence to determination of Pb and Cd in fish sample while Pb and Cd in water sample was not influence by sample location. The result that obtained in the research to water sample showed that over than maximum limited base on SKPP number 82/ 2001, while fish sample is over than maximum limited too that permitted by BPOM number 03725/B/SK/89.

Key words: extraction dithizone, lead, cadmium, atomic absorption spectrofotometry.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pencemaran limbah yang diakibatkan perkembangan industri yang makin pesat pada masa ini, tidak menutup kemungkinan memberikan dampak terhadap kondisi lingkungan oleh adanya zat-zat, maupun senyawa-senyawa hasil buangan yang bersifat polutan. Produk polutan tersebut sebagian berupa logam-logam berat dimana pada konsentrasi-konsentrasi tertentu akan menyebabkan kontaminasi terhadap lingkungan. Parameter yang digunakan untuk mengindikasikan adanya logam berat tersebut biasanya melalui aktivitas makhluk hidup yang berkembang di daerah tersebut. Salah satu contoh pencemaran logam berat tersebut adalah pencemaran pada perairan, dimana dalam air terdapat sumber kehidupan dan populasi berbagai macam makhluk hidup contohnya ikan, kerang, udang dan kepiting yang umum dikonsumsi oleh manusia.

Kualitas air secara umum menunjukkan mutu atau kondisi air yang dikaitkan dengan suatu kegiatan atau keperluan tertentu. Dengan demikian, kualitas air akan berbeda dari suatu kegiatan ke kegiatan lain, sebagai contoh kualitas air untuk keperluan irigasi berbeda dengan kualitas air untuk keperluan air minum. Dalam lingkup perairan, kualitas air secara umum mengacu pada kandungan polutan atau cemaran yang terkandung dalam air dalam kaitannya untuk menunjang kehidupan ikan dan kondisi ekosistem yang memadai (Anonim, 2002).

Air yang jernih bukan berarti air yang baik bagi ikan, karena air jernih bukan satu-satunya syarat air berkualitas bagi ikan. Sering dijumpai ikan hidup dan berkembang dengan subur justru pada air yang bagi manusia menimbulkan kesan jorok (Anonim, 2002).

Cemaran pada perairan bisa berasal dari berbagai sumber, yaitu : berasal dari sumber air yang digunakan, reaksi yang terjadi, transportasi perairan, pengaruh dari senyawa atau spesies senyawa kimia dalam air, tanah, udara dan makhluk hidup beserta teknologi yang menyertainya. Beberapa bahan cemaran yang biasa dijumpai pada sumber air meliputi tembaga, nitrat, fosfat, klorin, kloramin dan pestisida. Selain cemaran tersebut, sering dijumpai bahan-bahan terlarut yang berasal dari hasil pelapukan batuan yang dilewati oleh air dalam perjalanannya. Bahan yang terkandung akan sangat tergantung pada kondisi geologi daerah yang bersangkutan. Berapa unsur yang mungkin dijumpai adalah kalsium (Ca), magnesium (Mg), natrium (Na), besi (Fe) dan logam-logam berat, seperti aluminium (Al), mangan (Mn), seng (Zn), tembaga (Cu), kadmium (Cd), timbal (Pb) dan merkuri (Hg).

Kadar logam berat tinggi diketahui dapat merusak jaringan ikan sehingga menyebabkan kematian. Meskipun demikian kebanyakan kasus akibat logam berat justru terjadi pada tingkat kontaminasi logam berat rendah. Kadar logam berat dapat mempengaruhi berbagai perilaku ikan, seperti perilaku berenang, makan dan kawin.

Apabila makanan yang mengandung logam berat dalam jumlah tinggi masuk dalam tubuh manusia, maka dapat mengakibatkan kelainan fungsi organ

tubuh, terutama logam berat seperti Hg, Pb dan Cd. Zat-zat yang sering diidentifikasi sebagai zat yang bersifat racun bagi ginjal adalah beberapa logam seperti Pb, Hg dan Cd. Pada obat-obatan seperti antibiotik, analgesik dan pestisida (Duffus,1996).

Di sisi lain sistem *hematopoietik* sangat peka terhadap efek dari logam Pb. Kerja asam amino levulinat dehidratase (ALAD) sebagai enzim yang berperan dalam pembentukan komponen utama hemoglobin (hem) akan terhambat jika kadar Pb dalam tubuh lebih tinggi dari 10 mg/L. Kerusakan sintesis hem dapat mengakibatkan anemia. Susunan syaraf juga merupakan organ sasaran utama Pb dengan kadar Pb darah diatas 80 mg/L dapat terjadi *asefalopati* yaitu kerusakan pada arterial dan kapiler yang mengakibatkan *edema* otak. Secara klinis keadaan ini disertai dengan koma dan kejang-kejang . Pada anak-anak sindroma klinis ini dapat terjadi pada kadar Pb darah sebesar 70 mg/L. Pada kadar lebih rendah (40-50 mg/L) anak-anak menunjukkan kondisi yang hiperaktif dan IQ sedikit menurun, sedangkan efek lainnya Pb juga mengganggu fungsi reproduksi, terutama melalui gamet otoksisitas yang mengakibatkan kemandulan (Lu,1995).

Akumulasi material dari limbah menyebabkan kualitas air dan meteri dalam tanah menurun, sehingga konsentrasi logam-logam berat yang awalnya kecil lama-kelamaan akan terakumulasi menjadi besar karena logam tidak dapat didegradasi. Untuk menghindari akibat buruk dari akumulasi Pd dan Cd dalam tubuh maka diperlukan pengawasan terhadap kondisi perairan beserta makhluk hidup yang berkembang didalamnya.

Agar pengawasan terhadap logam berat tersebut dapat dilakukan dengan baik maka diperlukan studi penelitian pada berbagai daerah yang menjadi pusat industri yang memungkinkan pembuangan hasilnya berupa logam berat. Surabaya dan sekitarnya merupakan salah satu kawasan industri dimana tidak menutup kemungkinan menimbulkan dampak pada kondisi lingkungan berupa hasil-hasil buangan yang bersifat polutan, misalkan pencemaran logam berat Pb dan Cd. Sehingga pada penelitian ini dilakukan pengawasan terhadap perairan dimana mengambil lokasi sekitar sungai Kalisari Surabaya yang berbatasan antara kota Surabaya dan Gresik. Sungai Kalisari menurut lembaga kajian ekologi dan konservasi lahan basah termasuk golongan sungai kelas tiga, yaitu air yang dapat digunakan untuk pembudidayaan ikan air tawar, peternakan, air untuk mengairi pertanian, dan atau fungsi lain yang mempersyaratkan mutu air yang sama dengan kegunaan tersebut (Arisandi, 2002), dan merupakan satu diantara sungai yang bermuara ke laut yang melewati beberapa daerah industri dan daerah pemukiman penduduk. Keberadaan industri plastik, industri cat, industri perakitan onderdil mobil, pemukiman penduduk serta pertanian memungkinkan keberadaan unsur logam Pb dan Cd dalam perairan sungai tersebut. Industri plastik cenderung memiliki hasil buangan berupa logam Pb dan Cd karena logam tersebut pada industri plastik berfungsi sebagai bahan stabilisasi dan pewarna plastik, sehingga sungai dapat terkontaminasi oleh keberadaan logam Pb dan Cd. Sedangkan fenomena yang terlihat, hampir tiap hari terdapat penduduk yang mengambil manfaat dari sungai tersebut dengan mencari ikan di sungai tersebut. Dampak yang terjadi, apabila manusia mengkonsumsi ikan yang berasal dari sungai

tersebut , berarti manusia akan mengalami kontaminasi logam Pb dan Cd. Oleh sebab itu sangat diperlukan uji kualitas kandungan Pb dan Cd dalam sistem perairan meliputi ikan dan airnya secara optimal.

Spektrofotometri serapan atom dikenal sebagai salah satu metode analisis untuk mengetahui kandungan logam-logam dalam berbagai sampel termasuk di dalamnya logam Pb dan Cd. Metode ini disukai karena cepat dan relatif murah dengan hasil analisis yang cukup akurat dan teliti (Winefordner, 1976). Penggunaan ekstraksi ditizon kloroform sebelum proses analisis dengan SSA mampu membentuk kompleks dengan logam, seperti Fe, Pb, Cd, Hg, dan Cr. Penelitian sebelumnya dilakukan ekstraksi terlebih dahulu dengan menggunakan pengompleks ditizon terhadap larutan analit sebelum dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom dengan menghasilkan hasil serapan *recovery* ekstraksi ditizon untuk logam Pb 99,75 % dengan pengaturan pH 9 sedangkan logam Cd mampu terekstrak oleh ditizon kloroform sekitar 92,29 % dengan pengaturan pH 11 (Surani, 2002). Metode ekstraksi ditizon bertujuan untuk pemekatan unsur logam dalam sampel, sehingga keberadaan unsur logam tersebut dalam analit yang relatif kecil atau skala mikro dapat terdeteksi dengan spektrofotometer serapan atom dan mengurangi interfensi dalam prosedur analisis dengan pengaturan pH ekstraksi yang spesifik terhadap unsur yang dianalisis, sehingga meminimalisir gangguan dalam analisis. Hasil dari penelitian ini diharapkan mampu memberikan informasi kepada masyarakat umum dan instansi-instansi yang berhubungan dan bersangkutan dengan permasalahan tersebut.

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang dipaparkan diatas, maka ditetapkan rumusan masalah sebagai berikut :

1. Berapakah kadar Pb dan Cd dalam sampel air dan ikan yang teranalisis dengan metode ekstraksi ditizon menggunakan SSA ?
2. Apakah terdapat pengaruh lokasi pengambilan sampel ikan dan air terhadap kadar Pb dan Cd yang dianalisis dari perairan sungai Kalisari Surabaya ?

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Mengetahui kadar logam Pb dan Cd dalam sampel air dan ikan dari sungai Kalisari Surabaya dengan ekstraksi ditizon menggunakan SSA.
2. Mengetahui korelasi lokasi pengambilan sampel terhadap kandungan Pb dan Cd dalam sampel.

1.4. Manfaat Penelitian

1. Penelitian ini bermanfaat bagi instansi dan industri terhadap kondisi lingkungan sebagai salah satu uji kualitas air dan ikan yang berasal dari sungai Kalisari Surabaya
2. Penelitian ini bermanfaat bagi penelitian lain tentang pengujian air dan ikan melalui metode ekstraksi ditizon secara spektrofotometri serapan atom.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Ikan

Ikan merupakan kelompok nekton yaitu jasad-jasad yang mempunyai kemampuan berenang kuat, hingga dapat berpindah tempat dengan aktif. Gizi ikan secara alamiah dapat ditentukan dengan mempelajari tabiat makan ikan (*food habits*). Tabiat makan ikan dapat memperlihatkan hubungan ekologi diantara organisme perairan. Bentuk-bentuk hubungan tersebut misalnya pemangsaan, saingan dan rantai makanan, sehingga makanan dapat digunakan sebagai faktor penentu pertumbuhan, keadaan dan populasi ikan. Jenis makanan suatu spesies ikan bergantung pada umur, tempat dan waktu ikan tersebut didapatkan (Hakim dkk, 2003).

Menurut Hakim dkk (2003) pola kebiasaan makan, umumnya makanan yang pertama kali datang dari luar untuk semua ikan dalam mengawali hidupnya ialah plankton bersel tunggal yang berukuran kecil. Jika untuk pertama kali ikan berhasil mendapatkan makanan sesuai dengan ukuran mulutnya, dan diperkirakan akan dapat meneruskan hidupnya.

Pengelompokan ikan berdasarkan makanannya, ada ikan sebagai pemakan dasar, pemakan *detritus*, ikan buas, dan ikan pemakan campuran. Berdasarkan kepada jumlah variasi dari macam-macam makanan tadi, ikan dapat dibagi menjadi *euryphagic*, yaitu ikan pemakan bermacam-macam makanan, *sterophagic* ikan pemakan makanan yang macamnya sedikit atau sempit dan

monophagic ialah ikan yang makanannya terdiri dari satu macam saja. Sehingga secara garis besar berdasarkan makanannya ikan dapat digolongkan menjadi herbivora, karnivora, dan omnivora (Hakim dkk, 2003).

2.2. Interaksi Air dan Ikan dalam Ekosistem

Ikan hidup dalam lingkungan air dan melakukan interaksi aktif antara keduanya. Ikan-air boleh dikatakan sebagai suatu sistem terbuka dimana terjadi pertukaran materi dan energi, seperti oksigen (O_2), karbon dioksida (CO_2), garam-garaman, dan bahan buangan. Pertukaran materi ini terjadi pada antar muka (*Interface*) ikan-air pada bahan berupa membran semipermeabel yang terdapat pada ikan. Kehadiran bahan-bahan tertentu dalam jumlah tertentu akan mengganggu mekanisme kerja dari membran tersebut, sehingga ikan pada akhirnya akan terganggu dan bisa menyebabkan kematian (Anonim, 2002).

Ikan telah berevolusi selama jutaan tahun pada kondisi lingkungan yang stabil. Oleh karena itu, dalam lingkungan alamiahnya mereka tidak perlu beradaptasi dengan berbagai perubahan drastis yang terjadi. Bahkan kondisi lingkungan mereka memiliki mekanisme tertentu untuk menjaga terjadinya perubahan mendadak. Sedangkan pada lingkungan akuarium, sebagai sebuah sistem tertutup, perubahan mendadak dan drastis terhadap parameter air kerap terjadi, seperti suhu, pH, dan kandungan amonia, sehingga akan menyebabkan ikan stres dan tidak jarang menyebabkan kematian.

Lima syarat utama kualitas air bagi kehidupan ikan adalah: rendah kadar amonia dan nitrit, bersih secara kimiawi, memiliki pH, kesadahan, temperatur

yang sesuai, rendah kadar cemaran organik dan stabil. Apabila persyaratan tersebut tidak dapat dijaga dan dipelihara dengan baik, maka ikan yang dipelihara akan mampu memelihara dirinya sendiri, terbebas dari berbagai penyakit dan dapat berkembang biak dengan baik (Anonim, 2002).

Ikan dan air dalam suatu ekosistem membentuk suatu pola jaringan yang saling berhubungan satu sama lain yaitu jaringan rantai makanan. Menurut Butler (1978), rantai makanan merupakan perpindahan energi makanan dari sumber daya tumbuhan melalui seri organisme atau melalui jalur makan-memakan (tumbuhan-herbivor-karnivor). Rantai makanan (*food chain*) ini saling berkaitan membentuk suatu pola yang sering disebut dengan jaringan makanan (*food web*). Di dalam komunitas alam yang kompleks, organisme yang sumber makanannya diperoleh dari tumbuhan dengan jumlah langkah yang sama disebut mempunyai tingkat tropik (*tropic level*) yang sama (Hakim dkk, 2003).

2.3. Pengertian Tentang Pencemaran

Pencemaran adalah peristiwa masuknya zat atau bahan dalam bentuk padat, cair, dan gas atau partikel tersuspensi dalam kadar tertentu dalam lingkungan yang dapat menimbulkan gangguan terhadap makhluk hidup, tumbuhan dan benda (Anonim, 1998).

Menurut Palar (1994) pencemaran atau polusi adalah suatu kondisi yang telah berubah dari bentuk asal pada keadaan yang lebih buruk. Pergeseran bentuk tatanan dari kondisi asal pada kondisi yang buruk ini dapat terjadi sebagai akibat masukan dari bahan-bahan pencemar atau polutan. Bahan polutan tersebut pada

umumnya mempunyai sifat racun yang berbahaya bagi organisme hidup. Toksisitas atau daya racun dari polutan itulah yang kemudian menjadi pemicu terjadinya pencemaran.

Badan perairan yang telah memasukkan senyawa atau ion-ion Pb, sehingga jumlah Pb yang ada dalam badan perairan melebihi konsentrasi yang semestinya dapat mengakibatkan kematian bagi biota perairan tersebut. Konsentrasi Pb yang mencapai 188 mg/L, dapat membunuh ikan-ikan. Berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan Murphy (1979), dalam bukunya Palar (1994) diketahui bahwa biota-biota perairan seperti *crustacea* akan mengalami kematian setelah 245 jam, bila pada badan perairan di mana biota itu berada terlarut Pb pada konsentrasi 2,73-49 mg/L. Sedangkan biota perairan lainnya yang dikelompokkan dalam golongan *insecta* akan mengalami kematian dalam rentang waktu yang lebih panjang, yaitu antara 168 sampai dengan 336 jam, bila pada badan perairan tempat hidupnya terlarut Pb 3,5 sampai dengan 64 mg/L.

2.4. Langkah-langkah analisis Ikan

1. Pengambilan Sampel (*sampling*)

Pengambilan sampel disesuaikan dengan tujuan analisis, apakah diinginkan variasi tempat, variasi kedalaman air dan variasi ikan yang dianalisis.

2. Pencucian (*washing*)

Pencucian sampel penting dilakukan dengan tujuan untuk menghilangkan partikel kotoran pada permukaan ikan atau air yang dapat menimbulkan interferensi pada proses analisis. Material ikan dicuci dengan cepat untuk menghindari pelepasan beberapa komponen kimia. Sebagai pencucinya bisa digunakan air, tetapi langkah pencucian ini tidak mutlak dilakukan bila ingin dipelajari penumpukan polutan pada air maka sampel tidak perlu dicuci

3. Pengeringan (*drying*)

Setelah proses pencucian maka sampel harus dikeringkan untuk mengurangi perubahan biokimia. Pengeringan juga dimaksudkan untuk memudahkan dalam menghomogenkan sampel. Temperatur pengeringan harus dijaga tidak terlalu tinggi untuk menghindari dekomposisi termal pada sampel.

4. Destruksi dan ekstraksi

Senyawa organik dalam ikan dan air diekstraksi dengan pelarut organik seperti heksan, eter, kloroform dan karbontetraklorida. Destruksi dilakukan untuk menyiapkan sampel ikan untuk dianalisis. Destruksi cara kering meliputi pembakaran sampel pada suhu tinggi sedangkan destruksi basah sampel dipecah asam kuat untuk merusak materi organik. Jenis asam atau campuran asam yang digunakan untuk merusak materi organik adalah HCl, HNO₃, HClO₄, H₂SO₄/HNO₃, HNO₃/HClO₄, H₂SO₄/HClO₄ dan H₂SO₄/HNO₃/HClO₄. Penentuan logam Pb dan Cd menggunakan metode

ekstraksi ditizon setelah perlakuan destruksi basah pada sampel tembakau memberikan hasil analisis yang cukup akurat (Surani, 2002).

5. Analisis

Metode analisis yang digunakan tergantung pada analit yang akan ditentukan dan tujuan analisisnya. Bila yang ingin dianalisis adalah unsur logam, maka sangat baik bila analisis menggunakan metode spektrofotometri serapan atom karena selektif dan sensitif untuk penentuan unsur logam dalam skala mikro (Radojevic,1999). Surani (2002) melaporkan bahwa penentuan unsur logam seperti Pb, Cd, Cr menggunakan metode ekstraksi dengan ditizon-kloroform memberikan hasil temu balik (*recovery*) lebih dari 97 %.

Pursitasari (1996) mempelajari penentuan Cd dengan keberadaan sejumlah zat-zat pengganggu dalam penelitiannya dilakukan pelucutan terhadap logam-logam ditizonat. Pursitasari juga menambahkan KCN dalam jumlah sedikit dan hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa logam-logam pengganggu seperti Ag, Bi, Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Sn dan Zn tidak memberikan gangguan terhadap penentuan Cd dalam skala mikro.

BAB III

LANDASAN TEORI

3.1. Pengertian Logam Berat

Logam berat adalah komponen alamiah lingkungan yang mendapatkan perhatian berlebih akibat ditambahkan ke dalam air, tanah dan udara dalam jumlah yang semakin meningkat dan bahaya yang mungkin ditimbulkan. Bagaimanapun logam berat tersebut berbahaya terutama apabila diserap oleh tanaman, hewan atau manusia dalam jumlah besar. Namun demikian beberapa logam berat merupakan unsur *esensial* bagi tanaman atau hewan.

Istilah logam berat menunjuk pada logam yang mempunyai berat jenis lebih tinggi dari 5 atau 6 g/cm³. Namun pada kenyataannya dalam pengertian logam berat ini, dimasukkan pula unsur-unsur metaloid yang mempunyai sifat berbahaya seperti logam berat sehingga jumlahnya mencapai lebih kurang 40 jenis. Beberapa logam berat yang beracun tersebut adalah As, Cd, Cr, Cu, Pb, Hg, Ni dan Zn. (Wild, 1995).

Logam yang masuk ke dalam tubuh melalui makanan akan relatif tinggi dan diserap efisien oleh tubuh, akan sulit untuk diekskresikan oleh organisme tersebut. Logam tersebut jika tidak dikeluarkan dari tubuh dan disimpan dalam jaringan khusus yang lebih permanen dalam tubuh dimana berkaitan dengan protein akan menyebabkan adanya gangguan dan kerusakan pada organ tertentu misalkan, ginjal, syaraf dan fungsi reproduksi.

Beberapa logam sangat penting bagi kesehatan dan kekurangan logam itu akan menyebabkan penyakit, demikian juga sebaliknya. Jika tertelan dalam jumlah besar dapat mengganggu kesehatan. Akhirnya, beberapa logam tidak mempunyai fungsi yang dikenal dalam tubuh dan pendarahan pada bagian dalam tubuh mereka dapat berakibat buruk. Sedangkan pada akhir-akhir ini bahaya yang ditimbulkan oleh logam berat merupakan isu lingkungan yang sangat menonjol. Berbagai limbah berbahaya saat ini dihasilkan dalam kegiatan manusia dan menimbulkan masalah pada penanganannya. Hal ini terutama karena bentuk limbah bermacam-macam dan mempunyai kadar yang beragam pula. Bentuk limbah padat menimbulkan pengaruh relatif lokal, tetapi apabila bentuk limbah cair atau yang dapat menguap pengaruhnya lebih luas dan lebih susah dicegah kontaminasinya.

3.1.1. Timbal (Pb)

Timbal atau dalam kesehariannya lebih dikenal dengan nama timah hitam dalam bahasa ilmiahnya dinamakan plumbum. Logam ini termasuk ke dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik. Logam timbal merupakan logam yang lunak, tahan korosi, mempunyai titik lebur rendah sekitar $327,5\text{ }^{\circ}\text{C}$, memiliki kerapatan yang besar dan sebagai penghantar listrik yang baik.

Timbal (Pb) dan persenyawaannya dapat berada di dalam perairan secara alamiah dan sebagai dampak dari aktifitas manusia. Secara alamiah, Pb dapat masuk ke badan perairan melalui pengkristalan di udara dengan bantuan air hujan.

Di samping itu, proses korosifikasi dari batuan mineral akibat hempasan gelombang dan angin, juga merupakan salah satu jalur sumber Pb yang akan masuk ke dalam badan perairan.

Pb yang masuk ke dalam badan perairan sebagai dampak dari aktifitas kehidupan manusia ada bermacam bentuk. Di antaranya adalah air buangan (limbah) dari industri yang berkaitan dengan logam Pb, air buangan dari pertambangan bijih timah hitam dan buangan sisa industri baterai. Buangan-buangan tersebut akan jatuh pada jalur-jalur perairan seperti anak-anak sungai untuk kemudian akan dibawa terus menuju lautan. Umumnya jalur buangan dari bahan sisa perindustrian yang menggunakan Pb akan merusak tata lingkungan perairan yang dimasukinya (menjadikan sungai dan alurnya tercemar).

Senyawa Pb yang ada yang dalam badan perairan dapat ditemukan dalam bentuk PbS , $PbSO_4$, dan dalam bentuk ion misalnya, ion-ion divalen dan ion-ion tetravalen (Pb^{2+} , Pb^{4+}). Ion Pb divalen (Pb^{2+}) digolongkan kedalam kelompok ion logam kelas antara. Sedangkan ion Pb tetravalen (Pb^{4+}) digolongkan pada kelompok ion logam kelas B. Pengelompokan ion logam ini dibuat oleh Richardson. Bila didasarkan pada pengelompokan ion-ion logam Richardson itu, ion Pb tetravalen mempunyai daya racun yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan ion Pb divalen. Akan tetapi dari beberapa penelitian menunjukkan bahwa ion Pb divalen lebih berbahaya dibandingkan dengan ion Pb tetravalen (Palar, 1994).

3.1.2. Kadmium (Cd)

Logam Cd atau (kadmium) mempunyai penyebaran yang sangat luas di alam. Hanya ada satu jenis mineral kadmium di alam yaitu greenockite (CdS) yang selalu ditemukan bersamaan dengan mineral spalerite (ZnS). Seperti halnya unsur-unsur kimia lainnya terutama golongan logam. Berdasarkan sifat-sifat fisiknya, Cd merupakan logam yang lunak, berwarna putih seperti perak, logam ini akan kehilangan kilapnya bila berada dalam udara yang basah atau lembab serta akan cepat mengalami kerusakan bila dikenai oleh uap ammonia (NH_3) dan sulfur hidroksida (SO_2). Logam Cd sangat banyak digunakan dalam kehidupan sehari-hari oleh manusia. Logam ini digunakan semenjak tahun 1950 dan total produksi dunia adalah sekitar 15.000-18.000 per tahun. Prinsip dasar atau prinsip utama dalam penggunaan Cd adalah sebagai bahan stabilisasi, sebagai bahan pewarna dalam industri plastik dan pada *Elektroplating* (Palar, 1994).

Tingkat ketersediaan logam berat tergantung pada pH lingkungan. Menurut Babich dan Stotzki, (1978) pada pH dibawah 8 Cd misalnya terdapat terutama dalam bentuk bebas, Cd^{+2} dan $\text{Cd}(\text{OH})^+$ mulai terbentuk pada pH 7 – 7.5, sedangkan $\text{Cd}(\text{OH})_2$ mulai terbentuk pada pH 9.0. Klein dan Trayer (1995) mengemukakan bahwa pH adalah faktor penting yang menentukan transformasi logam. Penurunan pH secara umum meningkatkan ketersediaan logam berat kecuali Mo dan Se.

3.2. Ekstraksi

Ekstraksi adalah perpindahan zat terlarut dari satu fasa ke fasa lain. Alasan dilakukan ekstraksi adalah untuk memisahkan analit dari spesies yang dapat menyebabkan interfensi dalam analisis atau berfungsi sebagai pemekatan konsentrasi sampel.

Dalam metode SSA, keberadaan pelarut organik dapat mengganggu analisis sehingga seringkali diperlukan pelucutan (*stripping*) yaitu memindahkan zat terlarut yang telah tereksitasi dalam fasa organik ke dalam medium yang sesuai. Dalam penelitian ini dilakukan pelucutan dengan menggunakan HNO_3 0,1 M. Untuk memperbaiki selektivitas reaksi logam dengan ditizon dilakukan pengaturan pH larutan air yang akan diekstraksi dan menambahkan zat penopang (*masking agent*). Beberapa zat penopang yang banyak digunakan untuk ekstraksi dengan ditizon adalah ion sianida, tiosianat dan EDTA (Surani, 2002).

Untuk mengurangi gangguan, beberapa logam bereaksi dengan ditizon pada harga pH optimum yang berbeda-beda sehingga ion logam tertentu dapat diekstraksi dengan melakukan pengontrolan pH. Cd tereksitasi dalam medium basa kuat sedangkan Pb dapat tereksitasi oleh ditizon pada kondisi yang sedikit alkalis (Vogel, 1961).

Ekstraksi logam ke dalam pelarut organik dengan bantuan zat pengompleks dapat menghasilkan metode analisis yang baik. Cara ini digunakan untuk memekatkan logam atau untuk memisahkan logam dari pengganggu, misalnya khelat 8-hidroksi kuinolin (oksin) dapat membentuk kompleks dengan logam-logam seperti Al, Fe (III), Cd, Pb, dan Cu yang larut dalam kloroform.

antara lain untuk analisis sampel biologi, tanah, produk minyak tanah, mineral, kosmetik dan logam-logam (Pecsok, 1976)

Menurut Pecsok (1976) dikatakan bahwa sinar merupakan suatu paket energi yang disebut foton dan jika foton tersebut diserap oleh atom mempunyai energi yang sama dengan energi elektron dari atom tersebut dan menjadikan elektronnya tereksitasi. Energi sinar tersebut oleh plank dirumuskan dan diberi simbol E yaitu :

$$E = \frac{h \cdot c}{\lambda}$$

Dimana :

E = Energi (Joule)

h = Konstanta ($6,63 \cdot 10^{-34}$)

c = Kecepatan cahaya ($3 \cdot 10^{10}$)

λ = Panjang gelombang (nm)

Prinsip spektrofotometri serapan atom adalah absorpsi cahaya oleh atom pada keadaan dasar. Atom-atom tersebut menyerap cahaya pada panjang gelombang yang spesifik, sesuai dengan jenis atau sifat unsumnya. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik suatu atom dengan adsorpsi energi. Suatu atom pada keadaan dasar akan tereksitasi ke tingkat yang lebih tinggi, sedangkan kemonokromatisan cahaya dalam spetrofotometri serapan atom merupakan syarat utama. Di samping itu kemudahan pelarutan atau peruraian sampel juga sangat menentukan keberhasilan analisis (Sibilia, 1996).



3.3.2. Komponen Utama AAS

1. Unit Atomisasi

Atomisasi dapat dilakukan baik dengan nyala atau tanpa nyala. Untuk mengubah unsur metalik menjadi uap atom diperlukan energi panas sehingga temperatur harus benar-benar terkendali agar atomisasi sempurna dan unsur tidak mengalami ionisasi

2. Sumber Radiasi

Sumber radiasi dalam spektrofotometer serapan atom harus bersifat kontinue disamping itu dengan penguraian optis yang sempurna juga sangat diperlukan agar diperoleh sumber sinar dengan garis absorpsi yang semi monokromatis mungkin. Seperangkat sumber yang dapat memberikan emisi yang tajam dari suatu unsur dikenal dengan *hollow cathoda lamp*. Lampu ini memiliki dua elektroda satu diantaranya berbentuk silinder dan terbuat dari unsur yang sama dengan unsur yang dianalisis.

3. Sistem Pengukur Fotometrik

Sistem pengukur fotometrik dalam spektrofotometri serapan atom terdiri atas 3 komponen yaitu monokromator, pemroses sinar dan sistem pembacaan. (Khopkar, 1990).

3.3.3. Gangguan dalam AAS

a. Gangguan Ionisasi

Gangguan ionisasi bisa terjadi pada unsur-unsur alkali, alkali tanah dan beberapa unsur yang lain karena unsur-unsur tersebut mudah terionisasi dalam nyala. Dalam analisis dengan FES dan SSA yang diukur adalah emisi dan serapan atom yang tak terionisasi. Oleh sebab itu dengan adanya atom-atom yang terionisasi dalam nyala akan mengakibatkan sinyal yang ditangkap detektor menjadi berkurang. Namun demikian gangguan ini bukanlah gangguan yang sifatnya serius, karena hanya sensitivitas dan linieritasnya saja yang terganggu. Gangguan ini dapat diatasi dengan menambahkan unsur-unsur yang mudah terionisasi dalam sampel sehingga akan menahan proses ionisasi dari unsur yang dianalisis.

b. Pembentukan Senyawa Refraktori

Gangguan ini disebabkan oleh reaksi antara analit dengan senyawa kimia, biasanya anion yang ada dalam larutan sampel sehingga terbentuk senyawa yang tahan panas (*refractory*). Gangguan ini dapat diminimalisir dengan adanya penambahan senyawa logam lain yang dapat bereaksi didalamnya, Penambahan senyawa yang mampu membentuk kompleks khelat dengan senyawa dalam larutan, dan menaikkan temperatur nyala.

c. Gangguan Fisik Alat

Gangguan yang dianggap sebagai gangguan fisik adalah semua parameter yang dapat mempengaruhi kecepatan sampel sampai ke nyala sepenuhnya atomisasi. Parameter-parameter tersebut adalah kecepatan

alir gas, berubahnya viskositas sampel akibat temperatur atau solven, kandungan padatan yang tinggi dan perubahan temperatur nyala. Gangguan ini biasanya dikompensasi dengan lebih sering membuat kalibrasi (standarisasi).

3.3.4. Hukum Lambert Beer

Konsep pengukuran absorbansinya didasarkan pada linearitas absorbansi dan konsentrasi sampel. Konsep tersebut diilhami oleh hukum Lambert-Beer :

$$\text{Log} \{ I_0 / I_t \} = A = ab C$$

Dimana :

I_0 = intensitas sinar radiasi mula-mula sebelum ditransmisikan

I_t = intensitas sinar radiasi yang sudah ditransmisikan

A = absorbansi/serapan atom-atom sampel terhadap sinar radiasi yang dipancarkan dari lampu HCl

ab = konstanta

C = konsentrasi sampel yang dianalisis yang linear/berbanding lurus dengan absorbansinya.

Menggunakan persamaan regresi linear diperoleh formulasi :

$$\text{Log } I_t = - ab C + \text{log } I_0 \text{ atau secara matematis : } Y = b X + a$$

Dimana :

Y = absorbansi

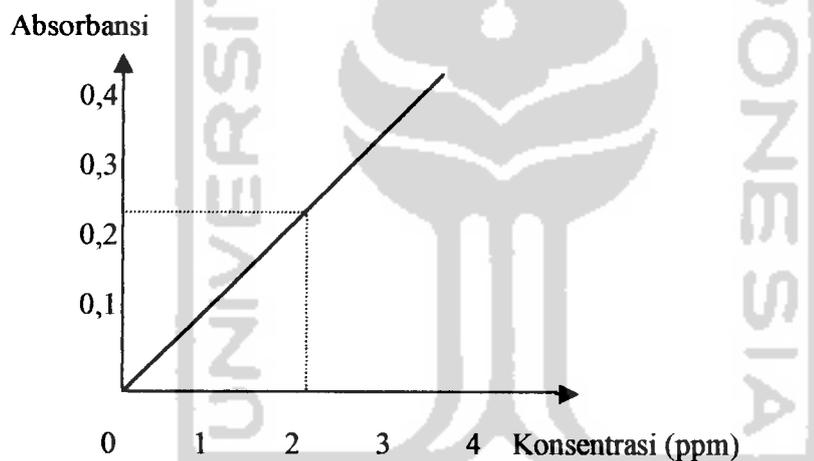
X = konsentrasi sampel, sedangkan

b = slopenya

a = intersepnya.

Jika suatu berkas radiasi monokromatik (yakni radiasi dengan panjang gelombang tunggal) diarahkan medium yang berisi larutan kimia dalam lapisan-lapisan yang sama tebalnya, maka tiap lapisan akan menyerap fraksi radiasi yang sama besar, atau tiap lapisan mengurangi daya radiasi berkas itu dengan fraksi yang sama besar. Hubungan tersebut dikemukakan oleh Lambert Beer (Day, R.A. dan Underwood, 1999).

Dari persamaan tersebut diatas dapat dinyatakan bahwa absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi, seperti ditunjukkan pada kurva kalibrasi berikut :

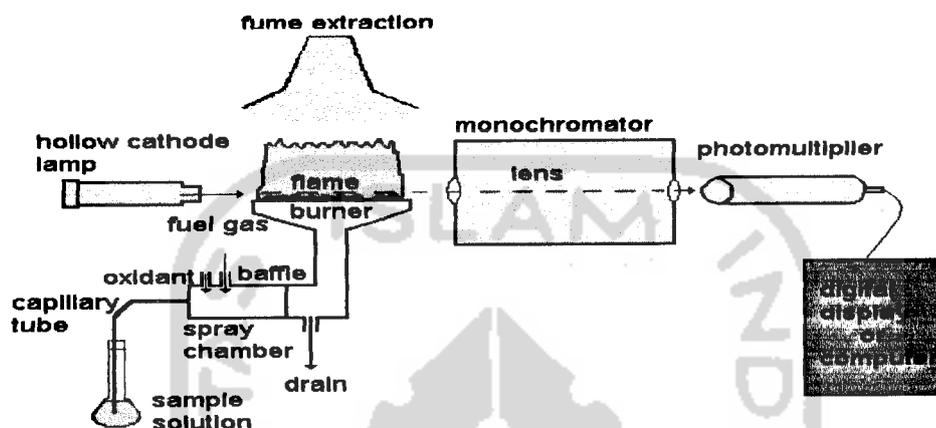


Gambar 3. Kurva Kalibrasi Absorbansi versus Konsentrasi

Dalam proses analisis sampel menggunakan SSA selalu dilakukan optimasi kondisi operasional dan kalibrasi terlebih dahulu misalnya dengan menggunakan larutan standar Pb dan Cd jika sampelnya berupa logam-logam tersebut sehingga diperoleh absorbansinya. Secara regresi linear dengan

menggunakan data absorbansi yang diperoleh maka konsentrasi sampel dapat ditentukan (Christian dan O'reilly, 1986).

3.3.5. Diagram Alat Spektrofotometer Serapan Atom



Gambar 4. Mekanisme analisis menggunakan metode SSA (Anonim, 2003)

Berdasarkan Gambar tersebut maka dapat dijelaskan bahwa alur proses analisis sampel menggunakan metode SSA dimulai dari larutan sampel yang dialirkan melalui pipa kapiler menuju ruang pembakaran yang disertai dengan pengaliran/penyemprotan bahan bakar berupa gas (*acetylene*) dan udara. Di tempat pembakaran tersebut sampel diatomisasi kemudian ditembak dengan sinar radiasi dari lampu HCl yang sudah disiapkan, selanjutnya sampel yang sudah diatomisasi menjadi bentuk logam-logam tersebut menyerap sinar radiasi yang dipancarkan oleh lampu HCl. Sisa/sebagian sinar radiasi yang dipancarkan selanjutnya akan menembus *monocromator* yang berupa lensa yang berfungsi memfokuskan intensitas sinar radiasi selanjutnya ditransfer menuju *photomultiplier* yang bertugas untuk menerjemahkan informasi yang diperoleh dari *monocromator*, menjadi data yang dapat dipahami dan secara langsung dapat

diterima oleh komputer yang sudah disiapkan untuk menampilkan data-data yang diperoleh tersebut (absorbansinya). kemudian dengan menggunakan persamaan regresi linear akhirnya dapat ditentukan besarnya konsentrasi sampel.

3.4. Uji Statistik Anova dua arah

Tabel 1. Rumus Perhitungan Uji statistik

Sumber variansi	DK	Jumlah kuadran	Mean Kuadran	F_h	$F_{tab 5\%}$
Antar Kelompok	$k - 1$	$\sum \left(\frac{\sum X_{tot}^2}{nk} \right) - \left(\frac{\sum X_{tot}^2}{N} \right)$	$\frac{JK}{DK}$	$\frac{MK}{MK_{dalam} \cdot MK_{dalam}}$	
Antar baris	$b - 1$	$\sum \left(\frac{\sum X_{tot}^2}{nbrs} \right) - \left(\frac{\sum X_{tot}^2}{N} \right)$	$\frac{JK}{DK}$	$\frac{MK}{MK_{dalam} \cdot MK_{dalam}}$	
Interaksi (kolom x baris)	$dk_k \cdot dk_b$	$JK_{bag} - (JK_{kolom} + JK_{baris})$	$\frac{JK}{DK}$	$\frac{MK}{MK_{dalam} \cdot MK_{dalam}}$	
Dalam	$(N - k \cdot b)$	$Jktot - (JK_{kolom} + JK_{baris} + JK_{inter})$	$\frac{JK}{DK}$	$\frac{MK}{MK_{dalam} \cdot MK_{dalam}}$	
Total	$N - 1$	$\sum X_{tot}^2 - \left(\frac{\sum X_{tot}}{N} \right)^2$	$\frac{JK}{DK}$	$\frac{MK}{MK_{dalam} \cdot MK_{dalam}}$	

Sumber : Sugiyono, 2003

F_h : F hitung

F_{tab} : F tabel

N : Jumlah seluruh anggota sampel

3.5 . Hipotesis

1. Air sungai Kalisari Surabaya diperkirakan mengandung logam berat timbal (Pb) dan kadmium (Cd).
2. Ikan yang diambil dari sungai Kalisari Surabaya diperkirakan mengandung logam berat Pb dan Cd.
3. Terdapat pengaruh kandungan logam Pb dan Cd dalam sampel air dan ikan pada beberapa titik lokasi pengambilan sampel di sungai Kalisari Surabaya.



BAB IV
METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan yang Digunakan

4.1.1 Alat yang digunakan

- a. SSA model 3110 merk Parkin Elmer buatan USA
- b. Lampu tabung Pb dan Cd
- c. Neraca analitik model Sartorius tipe BP 410
- d. Seperangkat alat gelas
- e. Oven model Memmert tipe UM 400 buatan Jerman
- f. Pengaduk Magnetik stirer Heidolph MR 3001
- g. pH meter Inolab level 1 buatan Jerman
- h. Neraca Analitik model Voyager Ohaus buatan Switzerland

4.1.2 Bahan yang digunakan

- a. Dition p.a (merck)
- b. CHCl_3 p.a (merck)
- c. NaOH kristal p.a (merck)
- d. HCl pekat 37 % p.a (merck)
- e. HNO_3 pekat 65 % p.a (merck)
- f. HClO_4 70 % BDH
- g. $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ kristal p.a (merck)

- h. KCN kristal p.a (merck)
- i. Akuabides BDH

4.2. Sampling

Sampel yang digunakan adalah air dan ikan Patin dengan panjang ± 14 cm, yang diambil dari sungai Kalisari Surabaya pada tiga titik pengambilan sampel yang berbeda dengan jarak titik pengambilan sampel satu dengan sampel yang lain ± 1 km. Pengambilan sampel untuk penelitian ini dilakukan dengan cara :

1. Air diambil dari sungai dengan kedalaman ± 1 meter dibawah permukaan air dan jarak pengambilan dari pinggir sungai ± 4 meter. Volume air yang diambil 1 L dan dimasukkan dalam botol yang telah dicuci dengan asam dan air setempat. Teknik pengambilan sampel menggunakan kayu dengan panjang ± 4 meter dan dikaitkan tali dengan diberi botol kaca volume 1 L yang telah diikat dengan pemberat dan pada tali tersebut telah diberi batas setinggi 1 meter untuk mengukur kedalaman dalam pengambilan sampel air.
2. Ikan Patin diambil dengan cara memancing di sungai dengan lokasi yang sama dari pengambilan sampel air, kemudian ikan dicuci dengan air setempat dan dimasukkan dalam plastik klip, kemudian disimpan dalam pendingin agar tetap terjaga kesegarannya.

4.3. Cara Penelitian

4.3.1. Pembuatan Reagen

- a. Pembuatan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10 % (b/v) dibuat dengan melarutkan 1 gr kristal $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan sampai tanda dengan akuabides.
- b. Pembuatan HNO_3 0,1 M dilakukan dengan cara memipetkan 0,450 mL HNO_3 pekat 65 % ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai batas dengan akuabides. Larutan HNO_3 0,01 M dibuat dengan memipetkan 1 mL HNO_3 0,1 M ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan sampai tanda dengan akuabides.
- c. Pembuatan NaOH 0,1 M dibuat dengan melarutkan 0,3998 gr kristal NaOH dengan akuabides ke dalam labu ukur 100 mL kemudian diencerkan sampai batas. Larutan NaOH 0,01 M dibuat dengan memipet 1 mL larutan NaOH ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan sampai batas dengan akuabides.
- d. KCN 10 % dibuat dengan melarutkan 1 gr kristal KCN ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan sampai tanda dengan akuabides.
- e. Pembuatan larutan induk ditizon 0,01 M dilakukan dengan melarutkan 0,0256 gr kristal ditizon ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan sampai batas dengan kloroform. Kemudian dibuat larutan ditizon $5 \cdot 10^{-4}$ M dengan cara memasukkan 5 mL larutan ditizon 0,01 M ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai batas dengan kloroform.

4.3.2. Preparasi Sampel

Destruksi Basah

Sampel ikan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 2 jam, lalu masing-masing sampel kering diambil sebanyak 6 gr dimasukkan dalam gelas beker dan ditambahkan 9 mL HNO_3 pekat, lalu ditutup dengan kaca arloji. Larutan dididihkan sampai hasil kering (sampel sudah hancur). Larutan didinginkan kemudian perlahan ditambahkan 3 mL HClO_4 70 %, setelah itu larutan dididihkan sampai hampir tidak berwarna. Sampel didinginkan kemudian ditambahkan 1 mL HCl pekat, larutan disaring dan diencerkan sampai volumenya 100 mL dengan akuabides.

4.3.3. Penentuan Pb dan Cd dalam Sampel Ikan dengan Ekstraksi Ditizon

a. Penentuan Pb dalam Sampel Ikan

Diambil sampel ikan hasil destruksi basah sebanyak 20 mL (1,2 gr) dimasukkan ke dalam gelas beker, kemudian berturut-turut ditambahkan 1 mL $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10 % dan 1 mL KCN 10 %, larutannya diatur agar pHnya 9 dengan menambahkan larutan NaOH 0,01 M. Selanjutnya ke dalam larutan ditambahkan 10 mL larutan ditizon $5 \cdot 10^{-4}$ M dan campuran diaduk menggunakan magnetik stirer selama 10 menit lalu dimasukkan ke dalam corong pisah. Fasa organik diambil dan dipisahkan. Ekstraksi larutan dengan ditizon ini dilakukan pengulangan 3 kali dengan volume ditizon yang sama dan fasa organik yang didapatkan pada ekstraksi 3 kali ini dilucuti (diekstrak balik) dengan 30 mL

HNO₃ 0,1 M, kemudian larutan yang didapatkan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer serapan atom untuk menentukan kandungan Pb yang terekstrak.

b. Penentuan Cd dalam Sampel Ikan

Diambil sampel ikan hasil destruksi basah sebanyak 20 mL (1,2 gr) dimasukkan ke dalam gelas beker, kemudian berturut-turut ditambahkan 1 mL (NH₄)₂S₂O₈ 10 % dan 1 mL KCN 10 %, larutannya diatur agar pHnya 11 dengan menambahkan larutan NaOH 0,01 M. Selanjutnya ke dalam larutan ditambahkan 10 mL larutan ditizon 5.10⁻⁴ M dan campuran diaduk menggunakan magnetik stirer selama 10 menit lalu dimasukan ke dalam corong pisah. Fasa organik diambil dan dipisahkan. Ekstraksi larutan dengan ditizon ini dilakukan pengulangan 3 kali dengan volume ditizon yang sama dan fasa organik yang didapatkan pada ekstraksi 3 kali ini dilucuti (diekstrak balik) dengan 30 mL HNO₃ 0,1 M, kemudian larutan yang didapatkan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer serapan atom untuk menentukan kandungan Cd yang terekstrak.

4.3.4. Penentuan Pb dan Cd dalam Sampel Air dengan Ekstraksi Ditizon

a. Penentuan Pb dalam Sampel Air

Diambil sampel air sebanyak 20 mL dimasukkan ke dalam gelas beker, kemudian berturut-turut ditambahkan 1 mL (NH₄)₂S₂O₈ 10 % dan 1 mL KCN 10 %, larutannya diatur agar pHnya 9 dengan menambahkan larutan NaOH 0,01 M. Selanjutnya ke dalam larutan ditambahkan 10 mL larutan ditizon 5.10⁻⁴ M dan

campuran diaduk menggunakan magnetik stirer selama 10 menit lalu dimasukkan ke dalam corong pisah. Fasa organik diambil dan dipisahkan. Ekstraksi larutan dengan ditizon ini dilakukan pengulangan 3 kali dengan volume ditizon yang sama dan fasa organik yang didapatkan pada ekstraksi 3 kali ini dilucuti (diekstrak balik) dengan 30 mL HNO_3 0,1 M, kemudian larutan yang didapatkan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer serapan atom untuk menentukan kandungan Pb yang terekstrak.

b. Penentuan Cd dalam Sampel Air

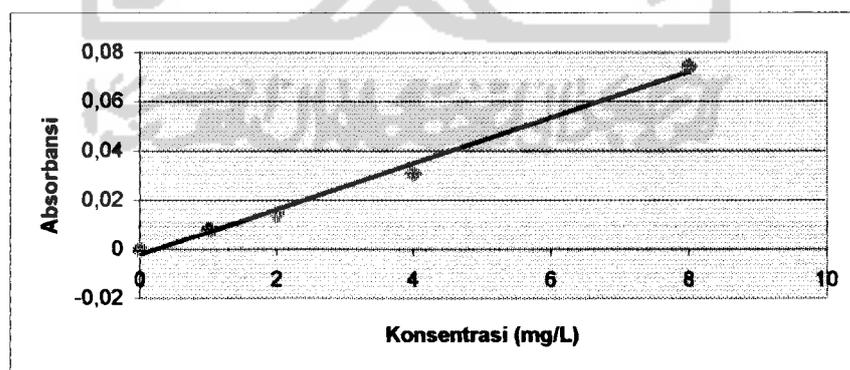
Diambil sampel air sebanyak 20 mL dimasukkan ke dalam gelas beker, kemudian berturut-turut ditambahkan 1 mL $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10 % dan 1 mL KCN 10 %, larutannya diatur agar pHnya 11 dengan menambahkan larutan NaOH 0,01 M. Selanjutnya ke dalam larutan ditambahkan 10 mL larutan ditizon $5 \cdot 10^{-4}$ M dan campuran diaduk menggunakan magnetik stirer selama 10 menit lalu dimasukkan ke dalam corong pisah. Fasa organik diambil dan dipisahkan. Ekstraksi larutan dengan ditizon ini dilakukan pengulangan 3 kali dengan volume ditizon yang sama dan fasa organik yang didapatkan pada ekstraksi 3 kali ini dilucuti (diekstrak balik) dengan 30 mL HNO_3 0,1 M, kemudian larutan yang didapatkan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer serapan atom untuk menentukan kandungan Cd yang terekstrak.

BAB V

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

5.1. Kalibrasi Larutan Standar Timbal

Optimasi analisis diperoleh berdasarkan kalibrasi larutan standar antara konsentrasi Pb dan Cd *versus* absorbansinya. Kondisi optimasi ini juga dipengaruhi oleh optimasi operasional SSA seperti terlihat pada data optimasi SSA (lihat lampiran 1). Data pada lampiran 1 tersebut digunakan sebagai parameter untuk mencari optimasi kalibrasi larutan standar antara konsentrasi Pb dan Cd *versus* absorbansinya. Sehingga diperoleh hasil analisis berupa absorbansi dengan validitas dan tingkat akurasi yang tinggi. Setelah diperoleh absorbansinya maka dibuatlah kurva kalibrasi larutan standar antara konsentrasi Pb dan Cd *versus* absorbansinya. Data yang ada dalam kurva kalibrasi tersebut dianalisis menggunakan regresi linear sehingga diperoleh persamaan regresinya yang lengkap dengan *slope*, *intercept* dan koefisien korelasinya. (Lihat Gambar) berikut.



Gambar 5. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Timbal

Kurva kalibrasi dalam Gambar 3 tersebut digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb dengan menggunakan harga absorbansi yang diperoleh dari analisis SSA. Berdasarkan analisis regresi linear terhadap larutan standard Pb dalam gambar 3 tersebut, diperoleh harga koefisien korelasinya (r) : 0,996612, *slope*-nya : 0,00925 dan *intercept*-nya : -0,00215 sehingga dihasilkan persamaan regresi linear sebagai berikut : ($Y = 0,00925X - 0,00215$). Pada penelitian ini juga dilakukan perhitungan secara statistik terhadap regresi. Perhitungan itu meliputi penentuan nilai simpangan slope (S_b) dan nilai simpangan intersep (S_a). Nilai dari simpangan slope (S_b) diperoleh dari persamaan :

$$S_b = \frac{\frac{S_y}{x}}{\left\{ \sum_i (x_i - \bar{x})^2 \right\}^{\frac{1}{2}}}$$

Dari penentuan nilai S_b diperoleh harga sebesar 0,00535, sedangkan nilai b diketahui sebesar 0,00925. Berdasarkan perbandingan nilai S_b dengan b , jika nilai S_b masih kurang dari nilai b menunjukkan bahwa nilai tersebut masih dalam daerah b . Sehingga nilai b dapat digunakan dalam persamaan regresi linier tersebut dan nilai b (*slope*) dianggap signifikan dalam persamaan regresi linier tersebut. Selain nilai S_b juga dilakukan penentuan terhadap nilai S_a . Nilai dari S_a diperoleh dari persamaan :

$$S_a = \frac{S_y}{x} \left\{ \frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2} \right\}^{\frac{1}{2}}$$

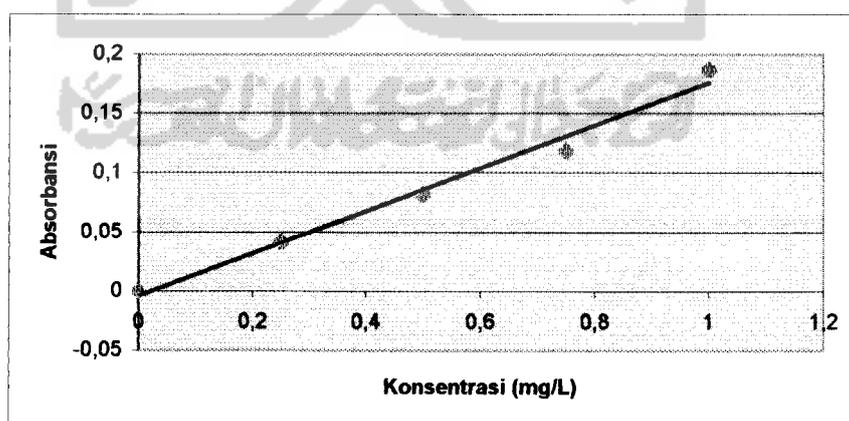


Dari penentuan nilai S_a diperoleh harga sebesar 0,002209, sedangkan nilai a diketahui sebesar - 0,00215. Berdasarkan perbandingan nilai S_a dengan a , jika nilai S_a masih lebih besar dari nilai a menunjukkan bahwa nilai tersebut diluar daerah a . Sehingga nilai a tidak dapat digunakan dalam persamaan regresi linier $Y = bX + a$ dan nilai a dianggap tidak signifikan dalam persamaan regresi linier tersebut dan perhitungan konsentrasi sampel dapat digunakan persamaan $Y = bX$ ($Y = 0,00925X$).

Berdasarkan hasil analisis regresi tersebut maka data yang ditampilkan dalam Gambar 5 tersebut memiliki hubungan antara konsentrasi dan absorbansinya dengan tingkat linearitas yang sangat baik, sehingga dapat disimpulkan bahwa persamaan regresi linear larutan standar tersebut layak digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb pada sampel.

5.2. Kalibrasi Larutan Standar Kadmium

Berikutnya adalah kalibrasi larutan standar Cd seperti yang ditampilkan dalam Gambar 6 sebagai berikut.



Gambar 6. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Kadmium

Berdasarkan analisis regresi linear, absorbansi larutan standar Cd pada Gambar 6 tersebut diperoleh harga koefisien korelasinya (r) : 0,99257, *slope*-nya : 0,1802 dan *intercept*-nya : -0,0042 sehingga dihasilkan persamaan regresi linear sebagai berikut : ($Y = 0,1802X - 0,0042$). Pada penelitian ini juga dilakukan perhitungan secara statistik terhadap regresi. Perhitungan itu meliputi penentuan nilai simpangan slope (S_b) dan nilai simpangan intersep (S_a). Nilai dari simpangan slope (S_b) diperoleh dari persamaan :

$$S_b = \frac{\frac{S_y}{x}}{\left\{ \sum_i (x_i - \bar{x})^2 \right\}^{\frac{1}{2}}}$$

Dari penentuan nilai S_b diperoleh harga sebesar 0,1048 (lampiran 4), sedangkan nilai b diketahui sebesar 0,1802. Berdasarkan perbandingan nilai S_b dengan b , jika nilai S_b masih kurang dari nilai b menunjukkan bahwa nilai tersebut masih dalam daerah b . Sehingga nilai b dapat digunakan dalam persamaan regresi linier dan nilai b dianggap signifikan dalam persamaan regresi linier tersebut. Selain nilai S_b juga dilakukan penentuan terhadap nilai S_a . Nilai dari S_a diperoleh dari :

$$S_a = \frac{S_y}{x} \left\{ \frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2} \right\}^{\frac{1}{2}}$$

Penentuan S_a diperoleh harga sebesar 0,0641 (lampiran 4), sedangkan nilai a diketahui sebesar -0,0042. Berdasarkan perbandingan nilai S_a dengan a , jika nilai S_a

masih lebih besar dari nilai a menunjukkan bahwa nilai tersebut diluar daerah a . Sehingga nilai a tidak dapat digunakan dalam persamaan regresi linier $Y = bX + a$ dan nilai a dianggap tidak signifikan dalam persamaan regresi linier tersebut dan perhitungan konsentrasi sampel dapat digunakan persamaan $Y = bX$ ($Y = 0,1802X$).

Berdasarkan hasil analisis regresi tersebut maka data grafik dalam Gambar 6 tersebut memiliki hubungan antara konsentrasi dan absorbansinya dengan tingkat linearitas yang sangat tinggi sehingga persamaan regresinya layak digunakan untuk menentukan konsentrasi Cd dalam sampel setelah sampel tersebut diukur absorbansinya menggunakan SSA.

5.3. Penentuan Kandungan logam Pb dan Cd dalam sampel

Kandungan Pb dan Cd dalam sampel air dan ikan pada tiga titik lokasi pengambilan sampel disajikan pada tabel 2 dan tabel 3 berikut.

Tabel 2. Kandungan Pb dan Cd sampel air

No	Parameter Lokasi	Konsentrasi rata-rata (ppm)	
		Pb	Cd
1.	Air 1	0,0378 ± 0,0247	0,0415 ± 0,0083
2.	Air 2	0,0540 ± 0,0935	0,0554 ± 0,0048
3.	Air 3	0,1134 ± 0,0486	0,0553 ± 0,0095

Tabel 3. Kandungan Pb dan Cd sampel ikan

No	Parameter Lokasi	Konsentrasi rata-rata (µg/gr)	
		Pb	Cd
1.	Ikan 1	18,000 ± 1,558	2,357 ± 0,0000
2.	Ikan 2	14,400 ± 1,558	2,033 ± 0,0808
3.	Ikan 3	11,700 ± 1,558	1,848 ± 0,0796

Tabel 2 menyatakan konsentrasi tertinggi Pb pada sampel air dijumpai pada lokasi 3, sedangkan konsentrasi terendah dijumpai pada lokasi pengambilan sampel 1. Sedangkan berdasarkan tabel 3 untuk sampel ikan konsentrasi Pb tertinggi berada pada lokasi 1 dan konsentrasi terendah berada pada lokasi 3. Tingginya konsentrasi Pb untuk sampel air dan ikan ini tentunya perlu mendapatkan perhatian khusus bagi instansi terkait, mengingat masih banyak masyarakat yang memanfaatkan ikan yang berasal dari sungai Kalisari tersebut digunakan untuk konsumsi sehari-hari. Hal ini akan menyebabkan adanya akumulasi logam berat Pb dalam tubuh manusia dan akan memberikan dampak buruk bagi kesehatan dan terkadang dapat menyebabkan kematian.

Pada tabel 2 konsentrasi Cd sampel air tertinggi dijumpai pada lokasi 3, sedangkan konsentrasi terendah dijumpai pada lokasi 1. Tingginya konsentrasi Cd untuk sampel air pada lokasi 3 tersebut dimungkinkan berasal dari beberapa industri khususnya industri plastik yang menggunakan logam Cd sebagai bahan stabilisasi dan bahan pewarna plastik, dimana industri ini berada dekat dengan lokasi 3 pengambilan sampel dan dimungkinkan menyebabkan keberadaan logam Cd dalam sistem perairan. Pada tabel 3 konsentrasi Cd sampel ikan tertinggi berada pada lokasi 1 dan terendah berada pada lokasi 3. Hal ini terdapat kemungkinan bahwa ikan yang ada dalam perairan sungai cenderung berpindah dan bergerak aktif menuju lokasi 1, dimana terdapat banyak jumlah makanan, karena ikan akan cenderung berada pada lokasi tertentu, dimana lokasi tersebut menyediakan makanan yang cukup bagi perkembangan hidupnya.

Dari data besarnya kandungan Pb dan Cd dalam sampel air yang diambil dari sungai Kalisari menunjukkan bahwa rata-rata kandungan Pb dan Cd melebihi ambang batas dari standar baku yang telah ditetapkan oleh peraturan pemerintah nomor 82 tahun 2001 tentang pengelolaan kualitas air dan pengendalian pencemaran air untuk kelas tiga atau termasuk golongan C. Hasil analisis penentuan kandungan logam Pb dan Cd jika dibandingkan dengan standar baku kualitas air disajikan pada tabel 4 berikut.

Tabel 4. Analisis Pb dan Cd dalam air dibandingkan dengan standar baku mutu kualitas air dan pengendalian pencemaran air

No	Logam	Konsentrasi rata-rata (ppm)	PP No. 82 tahun 2001 (ppm)
1.	Pb sampel air 1	0,0378	0,03
2.	Pb sampel air 2	0,0540	0,03
3.	Pb sampel air 3	0,1134	0,03
4.	Cd sampel air 1	0,0415	0,01
5.	Cd sampel air 2	0,0554	0,01
6.	Cd sampel air 3	0,0553	0,01

Sumber : Lembaga kajian ekologi dan konservasi lahan basah (Arisandi, 2002)

Tabel 5. Analisis Pb dan Cd dalam ikan dibandingkan dengan standar baku mutu dalam daging ikan

No	Logam	Konsentrasi rata-rata ($\mu\text{g}/\text{gr}$)	SK Dirjen BPOM No. 0372/B/SK/VII/89 ($\mu\text{g}/\text{gr}$)
1.	Pb sampel ikan 1	18,000	2,0
2.	Pb sampel ikan 2	14,400	2,0
3.	Pb sampel ikan 3	11,700	2,0
4.	Cd sampel ikan 1	2,357	2,0
5.	Cd sampel ikan 2	2,033	2,0
6.	Cd sampel ikan 3	1,848	2,0

Sumber : Dirjen BPOM

Berdasarkan tabel 5 tersebut diketahui bahwa kandungan logam Pb dan Cd dalam sampel ikan lebih tinggi dari ambang batas yang ditetapkan oleh SK Dirjen BPOM Nomor 0372/B/SK/VII/89 (sebesar 2,0 $\mu\text{g}/\text{gr}$).

5.4. Uji Statistik Kandungan Pb dan Cd sampel air dan ikan

5.4.1. Uji pengaruh lokasi pengambilan sampel Terhadap kandungan Pb dan Cd Dalam Air

Tabel 6. Data Pengaruh Kandungan Pb Air Dan Cd air Pada Lokasi Pengambilan Sampel

No	Pb air (ppm)	Cd air (ppm)	Lokasi
1.	0,0648	0,0331	Lokasi 1
2.	0,0162	0,0415	Lokasi 1
3.	0,0324	0,0498	Lokasi 1
4.	0,0000	0,0498	Lokasi 2
5.	0,0000	0,0582	Lokasi 2
6.	0,1621	0,0582	Lokasi 2
7.	0,1621	0,0498	Lokasi 3
8.	0,0648	0,0664	Lokasi 3
9.	0,1134	0,0498	Lokasi 3

Analisis dapat diketahui dengan menggunakan uji anova dua arah, yaitu dengan membandingkan nilai F_{hitung} dengan F_{tabel} . Data pada tabel 6 tersebut digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya pengaruh yang signifikan antara lokasi sampel dengan kandungan logam Pb dan Cd dalam sampel air.

a. Logam Pb

Hipotesis :

H_0 = lokasi sampel tidak berpengaruh terhadap kandungan Pb pada air

H_1 = lokasi sampel berpengaruh terhadap kandungan Pb pada air

Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$, maka H_0 ditolak

Jika $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka H_0 diterima

Tingkat signifikan (α) 5 %

Jika nilai probabilitas $> 0,05$ maka H_0 diterima

Jika nilai probabilitas $< 0,05$ maka H_0 ditolak

Hasil pengujian didapatkan nilai F_{hitung} sebesar 1,216 dengan probabilitas 0,360 (lampiran 9) dan berdasarkan nilai F_{tabel} sebesar 5,143, sehingga H_0 diterima yang berarti lokasi sampel tidak berpengaruh terhadap penentuan kandungan Pb dalam sampel air atau kandungan Pb pada air tidak memberikan perbedaan pada setiap lokasi pengambilan sampel.

b. Logam Cd

Hipotesis :

H_0 = lokasi sampel tidak berpengaruh terhadap kandungan Cd pada air

H_1 = lokasi sampel berpengaruh terhadap kandungan Cd pada air

Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$, maka H_0 ditolak

Jika $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka H_0 diterima

Tingkat signifikan (α) 5 %

Jika nilai probabilitas $> 0,05$ maka H_0 diterima

Jika nilai probabilitas $< 0,05$ maka H_0 ditolak

Hasil pengujian dari nilai F_{hitung} sebesar 3,132 dengan probabilitas 0,117 (lampiran 9). Berdasarkan nilai F_{tabel} sebesar 5,143, sehingga H_0 diterima yang berarti lokasi sampel tidak berpengaruh terhadap penentuan kandungan Cd dalam sampel air

atau kandungan Cd pada air tidak memberikan perbedaan pada setiap lokasi pengambilan sampel.

5.4.2. Uji pengaruh lokasi pengambilan sampel terhadap kandungan Pb dan Cd Dalam Ikan

Tabel 7. Data Pengaruh Kandungan Pb ikan Dan Cd ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel

No	Pb ikan ($\mu\text{g/g}$)	Cd ikan ($\mu\text{g/g}$)	Lokasi
1.	16,200	2,357	Lokasi 1
2.	18,900	2,357	Lokasi 1
3.	18,900	2,357	Lokasi 1
4.	16,200	2,080	Lokasi 2
5.	13,500	1,940	Lokasi 2
6.	13,500	2,080	Lokasi 2
7.	10,800	1,802	Lokasi 3
8.	13,500	1,940	Lokasi 3
9.	10,800	1,802	Lokasi 3

Analisis dapat diketahui dengan menggunakan uji anova dua arah, yaitu dengan membandingkan nilai F_{hitung} dengan F_{tabel} . Data pada tabel 7 tersebut digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya pengaruh yang signifikan antara lokasi sampel dengan kandungan logam Pb dan Cd dalam sampel ikan.

a. Logam Pb

Hipotesis :

H_0 = lokasi sampel tidak berpengaruh terhadap kandungan Pb pada ikan

H_1 = lokasi sampel berpengaruh terhadap kandungan Pb pada ikan

Jika $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$, maka H_0 ditolak

Jika $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$, maka H_0 diterima

Tingkat signifikan (α) 5 %

Jika nilai probabilitas $> 0,05$ maka H_0 diterima

Jika nilai probabilitas $< 0,05$ maka H_0 ditolak

Hasil pengujian didapatkan nilai F_{hitung} sebesar 12,333 dengan probabilitas 0,007 (lampiran 10) dan berdasarkan nilai F_{tabel} sebesar 5,143, sehingga H_0 ditolak yang berarti lokasi sampel berpengaruh terhadap penentuan kandungan Pb dalam sampel ikan atau kandungan Pb pada ikan memberikan perbedaan pada setiap lokasi pengambilan sampel.

b. Logam Cd

Hipotesis :

H_0 = lokasi sampel tidak berpengaruh terhadap kandungan Cd pada ikan

H_1 = lokasi sampel berpengaruh terhadap kandungan Cd pada ikan

Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$, maka H_0 ditolak

Jika $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka H_0 diterima

Tingkat signifikan (α) 5 %

Jika nilai probabilitas $> 0,05$ maka H_0 diterima

Jika nilai probabilitas $< 0,05$ maka H_0 ditolak

Hasil pengujian didapatkan nilai F_{hitung} sebesar 46,368 dengan probabilitas 0,000 (lampiran 10) dan berdasarkan nilai F_{tabel} sebesar 5,143, sehingga H_0 ditolak yang berarti lokasi sampel berpengaruh terhadap penentuan kandungan Cd dalam sampel ikan atau kandungan Cd pada ikan memberikan perbedaan pada setiap lokasi pengambilan sampel.

5.4.3. Uji pengaruh lokasi pengambilan sampel air dan ikan terhadap kandungan Pb

Tabel 8. Data Pengaruh Kandungan Pb Air Terhadap Pb Ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel

No	Pb air (ppm)	Pb ikan ($\mu\text{g/g}$)	Lokasi
1.	0,0648	16,200	Lokasi 1
2.	0,0162	18,900	Lokasi 1
3.	0,0324	18,900	Lokasi 1
4.	0,0000	16,200	Lokasi 2
5.	0,0000	13,500	Lokasi 2
6.	0,1621	13,500	Lokasi 2
7.	0,1621	10,800	Lokasi 3
8.	0,0648	13,500	Lokasi 3
9.	0,1134	10,800	Lokasi 3

Analisis dapat diketahui dengan menggunakan uji anova satu arah, yaitu dengan membandingkan nilai F_{hitung} dengan F_{tabel} . Data pada tabel 8 tersebut digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya pengaruh yang signifikan antara kandungan logam Pb sampel air dengan Pb dalam sampel ikan.

a. Logam Pb

Hipotesis :

H_0 = Pb sampel air tidak berpengaruh terhadap kandungan Pb pada ikan

H_1 = Pb sampel air berpengaruh terhadap kandungan Pb pada ikan

Jika $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$, maka H_0 ditolak

Jika $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$, maka H_0 diterima

Tingkat signifikan (α) 5 %

Jika nilai probabilitas $> 0,05$ maka H_0 diterima

Jika nilai probabilitas $< 0,05$ maka H_0 ditolak

Hasil pengujian didapatkan nilai F_{hitung} sebesar 3,489 dengan probabilitas 0,166 (lampiran 11) dan berdasarkan nilai F_{tabel} sebesar 9,013, sehingga H_0 diterima yang berarti Kandungan Pb sampel air tidak berpengaruh terhadap penentuan kandungan Pb dalam sampel ikan atau kandungan Pb ikan tidak memberikan perbedaan pada kandungan Pb sampel air.

5.4.4. Uji pengaruh lokasi pengambilan sampel air dan ikan terhadap kandungan Cd

Tabel 9. Data Pengaruh Kandungan Cd Air Terhadap Cd Ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel

No	Cd air (ppm)	Cd ikan ($\mu\text{g/g}$)	Lokasi
1.	0,0331	2,357	Lokasi 1
2.	0,0415	2,357	Lokasi 1
3.	0,0498	2,357	Lokasi 1
4.	0,0498	2,080	Lokasi 2
5.	0,0582	1,940	Lokasi 2
6.	0,0582	2,080	Lokasi 2
7.	0,0498	1,802	Lokasi 3
8.	0,0664	1,940	Lokasi 3
9.	0,0498	1,802	Lokasi 3

Analisis dapat diketahui dengan menggunakan uji anova satu arah, yaitu dengan membandingkan nilai F_{hitung} dengan F_{tabel} . Data pada tabel 9 tersebut digunakan untuk mengetahui ada atau tidaknya pengaruh yang signifikan antara kandungan logam Cd sampel air dengan Cd dalam sampel ikan.

b. Logam Cd

Hipotesis :

H_0 = Cd sampel air tidak berpengaruh terhadap kandungan Cd pada ikan

H_1 = Cd sampel air berpengaruh terhadap kandungan Cd pada ikan

Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$, maka H_0 ditolak

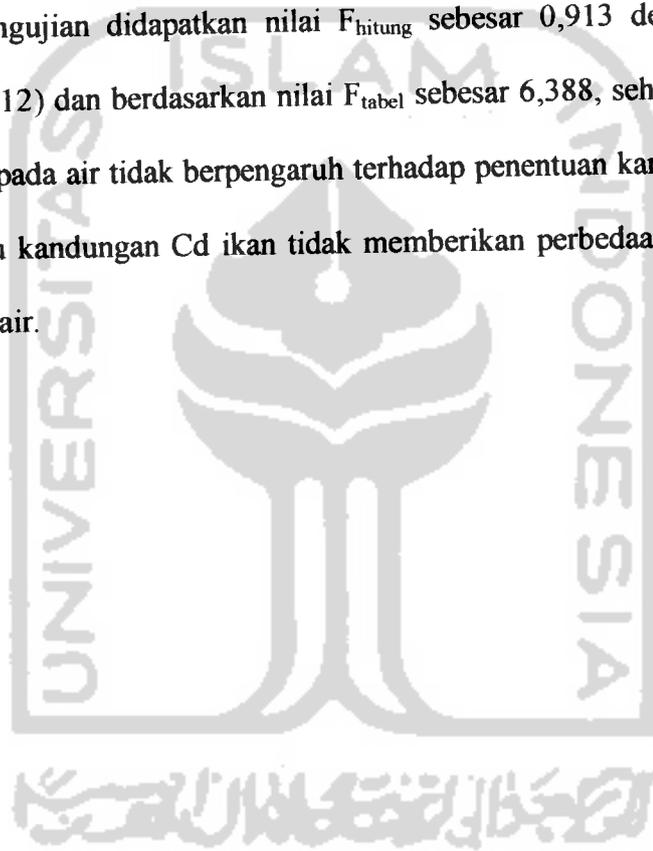
Jika $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka H_0 diterima

Tingkat signifikan (α) 5 %

Jika nilai probabilitas $> 0,05$ maka H_0 diterima

Jika nilai probabilitas $< 0,05$ maka H_0 ditolak

Hasil pengujian didapatkan nilai F_{hitung} sebesar 0,913 dengan probabilitas 0,534 (lampiran 12) dan berdasarkan nilai F_{tabel} sebesar 6,388, sehingga H_0 diterima yang berarti Cd pada air tidak berpengaruh terhadap penentuan kandungan Cd dalam sampel ikan atau kandungan Cd ikan tidak memberikan perbedaan pada kandungan Cd pada sampel air.



BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1. Kesimpulan

1. Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa kandungan logam Pb pada sampel air dan ikan di Sungai Kalisari Surabaya sebagai berikut : logam Pb sampel air Lokasi 1,2 dan 3 (0,0378, 0,0540 dan 0,1134) ppm. Sedangkan sampel ikan logam Pb lokasi 1,2 dan 3 (18,000, 14,400 dan 11,700) $\mu\text{g}/\text{gr}$.
2. Kadar Cd untuk sampel air lokasi 1,2 dan 3 (0,0415, 0,0554 dan 0,0553) ppm. Sedangkan sampel ikan lokasi 1,2 dan 3 (2,357, 2,033 dan 1,848) $\mu\text{g}/\text{gr}$.
3. Lokasi sampel memberikan pengaruh terhadap penentuan kadar logam Pb dan Cd pada sampel ikan. Sedangkan lokasi pengambilan sampel tidak mempengaruhi kandungan Pb dan Cd dalam sampel air.

6.2. Saran

1. Perlu dilakukan kajian lebih lanjut tentang penentuan kadar Pb dan Cd di dalam sampel berupa endapan sungainya sehingga dapat diketahui bahwa endapan tersebut juga berpengaruh terhadap identifikasi logam berat dalam sistem perairan.
2. Perlu diteliti dan dilakukan kajian tentang optimasi ekstraksi ditizon menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis terhadap penentuan logam Pb dan Cd dalam sampel ikan dan air.

DAFTAR PUSTAKA

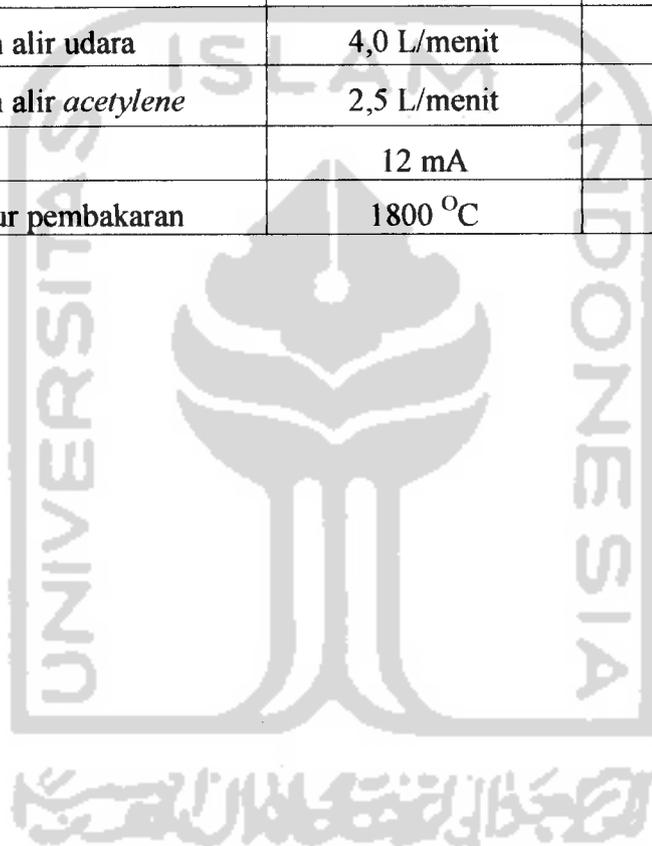
- Anonim, 1998, *Guntingan berita lingkungan subyek kontaminasi dan pencemaran*, pusat penelitian lingkungan hidup UGM, Jogjakarta, 53
- Anonim, 2002, *Ornamental fish, Information service highlights, kualitas air*, [http://www.google.com/artikel kualitas air.htm](http://www.google.com/artikel/kualitas%20air.htm)
- Anonim, 2003, *Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)*, <http://www.fisica.unam.mx/liquids/tutorials/spectrophotometry.html>
- Arisandi, P. 2002, *Peraturan Pemerintah 82/Tahun 2001 – Menunggu Implementasi untuk Perbaikan Kualitas Perairan*, [http://www.google.com/baku mutu kualitas air.htm](http://www.google.com/baku%20mutu%20kualitas%20air.htm)
- Babich, H. and G. Stotzky. 1978. *Effects of cadmium on the biota : influence of environmental factors*. Edv. Appl. Microbiol.
- Butler, G.C, 1978. *Principles of Ecotoxicology*, Scope 12, John wiley and Sons, New York
- Christian, G.D. dan O'reilly, J.E. 1986, *Instrumental Analysis*, Second Edition, allyn and Bacon, Inc. USA
- Duffus, J.H, H.G.J, Worth., 1996, *Fundamental toxicology for chemist*, the royal society of chemistry, Cambridge 149-150
- Hakim. L., Prayitno, dan Riyanto, 2003, *Analisis Kandungan Hg pada Air dan Ikan Nilem di perairan Sungai Kaligarang Semarang*, J. Logika, Volume 9, Hal 61-69 Jogjakarta
- Klein, D. A. and J. S. Thayer. 1995. *Interaction between soil microbial community and organometallic compounds*. In. Bollag, J. M. and G. Stotzky (eds). *Soil Biochemistry*. Volume 6. Marcel Dekker, Inc. New York and Basel.
- Khopkar. S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Edisi 2, Ui Press, Jakarta, 275-284
- Lu, C.F., 1995, *Toksikologi dasar* (terjemahan), Edisi 2, Ui Press, Jakarta, 146
- Palar, H. 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta

- Pursitasari.I.D., 1996, *Ekstraksi Cd dan Pb dengan Larutan Ditizon Kloroform dalam lingkungan larutan 1,1 o - Fenantrolin*, tesis FMIPA UGM, Jogjakarta, 5-11,16
- Pecsock, S.L.Robert, 1976, *Modern Method of Chemical analysis*, Second edition, John Willey and sons, New York 247-248
- Radojevic. M. V. N. Bashkin, 1999, *Practical Environmental Analysis*, Royal Society of Chemistry, Cambridge, 381-390
- Sibilia. J.P., 1996, *A Guide to Materials Characterization and Chemical analysis*, Second edition, VCH Publishers Mc, New York, 127,129
- Sugiyono, Dr, 2003, *Statistika untuk Penelitian*, CV ALVABETA, Bandung
- Surani. R, 2002, *Analisis Pb dan Cd dalam Sampel Daun Tembakau secara AAS setelah Ekstraksi dengan Ditizon*, skripsi FMIPA UGM, Jogjakarta,10-11,23-27
- Underwood, Day.R.A., 1999, *Kimia analisa Kuantitatif* (terjemahan) Edisi 5, Erlangga, Jakarta, 426
- Vogel.A.I.,1961, *Text book of Quantitatif Inorganic Analysis*, Ligman Group Limited, Thirth edition, London, 899-900
- Wild, A. 1995. *Soils and The Environment : An Introduction*. Cambridge University Press. Cambridge, Great Britain.
- Winefordner. J. D., 1976, *Trace Analysis Spectroscopic Methods for Element*, John Wiley and Sons, New York, 163

Lampiran 1

Tabel 10. Kondisi Optimum Operasional SSA Dalam Analisis Sampel Timbal Dan Kadmium

No	Parameter	Logam Timbal	Logam Kadmium
1	Panjang gelombang	283,3 nm	228,8 nm
2	Lebar celah	1,2 mm	1,2 mm
3	Sensitifitas/limit deteksi	5,0 µg/L	5,0 µg/L
4	Kecepatan alir udara	4,0 L/menit	3,5 L/menit
5	Kecepatan alir <i>acetylene</i>	2,5 L/menit	2,0 L/menit
6	mA HCl	12 mA	12 mA
7	Temperatur pembakaran	1800 °C	1600 °C



Lampiran 2

Perhitungan nilai Sa, Sb dan limit deteksi pada Standarisasi Timbal

Tabel 11. Data penentuan harga Sa (penyimpangan intersep)

x	y	$y_i - \bar{y}_i$	$(y_i - \bar{y}_i)^2$
0	0,000	- 0,0256	0,000655
1	0,008	- 0,0176	0,000309
2	0,015	-0,0106	0,000112
4	0,031	0,0054	0,000029
8	0,074	0,0484	0,002342
		$y_i = 0,0256$	$\sum_i = 0,003477$

$$\frac{S_y}{x} = \left\{ \frac{\sum_i (y_i - \bar{y}_i)^2}{n-2} \right\}^{\frac{1}{2}}$$

$$\frac{S_y}{x} = 0,03389$$

Tabel 12. Data penentuan harga Sb (penyimpangan slope)

x	$x_i - \bar{x}_i$	$(x_i - \bar{x}_i)^2$	x^2
0	-3	9	0
1	-2	4	1
2	-1	1	4
4	1	1	16
8	5	25	25
		$\sum_i = 40$	$\sum_i = 85$

Penentuan nilai Sa :

$$S_a = \frac{S_y}{x} \left\{ \frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2} \right\}^{\frac{1}{2}}$$

$$S_a = 0,02209$$

Penentuan nilai S_b :

$$S_b = \frac{S_y}{x} \left\{ \sum_i (x_i - \bar{x})^2 \right\}^{\frac{1}{2}}$$

$$S_b = 0,00535$$

$$\text{Limit deteksi} = 3 \times S_b$$

$$= 0,0160$$



Lampiran 3

Tabel 13. Absorbansi Larutan Standar Pb Pada Berbagai Konsentrasi.

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0	0,000
2.	1	0,008
3.	2	0,015
4.	4	0,031
5.	8	0,074

Hasil perhitungan persamaan regresi linier larutan standar Pb dengan kalkulator fx 5400P adalah :

$$\begin{aligned}r &= 0,99612 \\a &= -0,00215 \\b &= 0,00925\end{aligned}$$

Berdasarkan perhitungan nilai S_a , S_b dan limit deteksi pada standarisasi timbal, maka untuk menentukan konsentrasi sampel menggunakan persamaan regresi linier sebagai berikut.

$$Y = bX$$

$$Y = 0,00925X$$

Dimana Y = Absorbansi sampel

b = Slope

X = Konsentrasi sampel

Lampiran 4

Perhitungan nilai Sa, Sb dan limit deteksi pada Standarisasi Kadmium

Tabel 14. Data penentuan harga Sa (penyimpangan intersep)

x	y	$y_i - \bar{y}_i$	$(y_i - \bar{y}_i)^2$
0,00	0,000	- 0,0859	0,00739
0,25	0,0042	-0,0439	0,00192
0,50	0,0820	-0,0039	0,00001
0,75	0,1187	0,0328	0,00107
1,00	0,1870	0,1011	0,01022
$\bar{y}_i = 0,0859$			$\sum_i = 0,02059$

$$\frac{Sy}{x} = \left\{ \frac{\sum_i (y_i - \bar{y}_i)^2}{n - 2} \right\}^{\frac{1}{2}}$$

$$\frac{Sy}{x} = 0,08288$$

Tabel 15. Data penentuan harga Sb (penyimpangan slope)

x	$x_i - \bar{x}_i$	$(x_i - \bar{x}_i)^2$	x^2
0,00	-0,5	0,25	0
0,25	-0,25	0,0625	0,0625
0,50	0	0	0,25
0,75	0,25	0,0625	0,5625
1,00	0,5	0,25	1
$\bar{x}_i = 0,5$		$\sum_i = 0,625$	$\sum_i = 1,875$

Penentuan nilai Sa :

$$Sa = \frac{Sy}{x} \left\{ \frac{\sum_i x_i^2}{n \sum_i (x_i - \bar{x})^2} \right\}^{\frac{1}{2}}$$

$$Sa = 0,0641$$

Penentuan nilai Sb :

$$Sb = \frac{\frac{S_y}{x}}{\left\{ \sum_i (x_i - \bar{x})^2 \right\}^{\frac{1}{2}}}$$

$$Sb = 0,1047$$

$$\text{Limit deteksi} = 3 \times Sb$$

$$= 0,3141$$



Lampiran 5

Tabel 16. Absorbansi Larutan Standar Cd Pada Berbagai Konsentrasi.

No	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1.	0,00	0,000
2.	0,25	0,042
3.	0,50	0,082
4.	0,75	0,1187
5.	1,00	0,1870

Hasil perhitungan persamaan regresi linier larutan standar Pb dengan

kalkulator fx 5400P adalah :

$$r = 0,99257$$

$$a = -0,0042$$

$$b = 0,1802$$

Berdasarkan perhitungan nilai S_a , S_b dan limit deteksi pada standarisasi kadmium, maka untuk menentukan konsentrasi sampel menggunakan persamaan regresi linier sebagai berikut.

$$Y = bX$$

$$Y = 0,1802X$$

Dimana Y = Absorbansi sampel

b = Slope

X = Konsentrasi sampel

Lampiran 6

Data Hasil Serapan Sampel Air Dan Ikan Logam Pb dan Cd Dengan SSA

Tabel 17. Data Hasil Serapan Sampel Air Dan Ikan Logam Pb Dengan SSA

No	logam	Sampel	lokasi	Abs 1	Abs 2	Abs 3
1.	Pb	Air	1	0,0004	0,0001	0,0002
2.	Pb	Air	2	0,0000	0,0010	0,0000
3.	Pb	Air	3	0,0010	0,0004	0,0007
4.	Pb	Ikan	1	0,006	0,007	0,007
5.	Pb	Ikan	2	0,006	0,005	0,005
6.	Pb	Ikan	3	0,004	0,005	0,004

Tabel 18. Data Hasil Serapan Sampel Air Dan Ikan Logam Cd Dengan SSA

No	logam	Sampel	lokasi	Abs 1	Abs 2	Abs 3
1.	Cd	Air	1	0,004	0,005	0,006
2.	Cd	Air	2	0,006	0,007	0,007
3.	Cd	Air	3	0,006	0,008	0,006
4.	Cd	Ikan	1	0,017	0,017	0,017
5.	Cd	Ikan	2	0,015	0,014	0,015
6.	Cd	Ikan	3	0,013	0,014	0,013

Lampiran 7

Perhitungan Konsentrasi Pb Dan Cd Sampel Air Dan Ikan

1. Perhitungan Konsentrasi Pb Sampel Air Dan Ikan

Pb Lokasi 1 (sampel air)

$$Y = bX$$
$$0,0004 = 0,00925X$$
$$Pb_1 = 0,0432 \text{ ppm}$$
$$C_{Pb_1} \cdot \text{Pengenceran} \cdot V_{\text{akhir}}$$
$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,0432 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}}{20 \text{ mL}}$$
$$= 0,0648 \text{ ppm}$$
$$0,0002 = 0,00925X$$
$$Pb_3 = 0,0216 \text{ ppm}$$
$$0,0216 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}$$
$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,0216 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}}{20 \text{ mL}}$$
$$= 0,0324 \text{ ppm}$$

$$0,0001 = 0,00925X$$
$$Pb_2 = 0,0108 \text{ ppm}$$
$$0,0108 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}$$
$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,0108 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}}{20 \text{ mL}}$$
$$= 0,0162 \text{ ppm}$$

Pb Lokasi 2 (sampel air)

$$Y = bX$$
$$0,0000 = 0,00925X$$
$$Pb_1 = 0,0000 \text{ ppm}$$
$$0,0000 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}$$
$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,0000 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}}{20 \text{ mL}}$$
$$= 0,000 \text{ ppm}$$
$$0,0000 = 0,00925X$$
$$Pb_3 = 0,000 \text{ ppm}$$
$$0,000 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}$$
$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,000 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}}{20 \text{ mL}}$$
$$= 0,000 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned}
 0,0010 &= 0,00925X \\
 Pb_2 &= 0,1081 \text{ ppm} \\
 &0,1081 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\
 &= 0,1621 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Pb Lokasi 3 (sampel air)

$$\begin{aligned}
 Y &= bX \\
 0,0010 &= 0,00925X & 0,0007 &= 0,00925X \\
 Pb_1 &= 0,1081 \text{ ppm} & Pb_3 &= 0,0756 \text{ ppm} \\
 &0,1081 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} & &0,0756 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} & \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\
 &= 0,1621 \text{ ppm} & &= 0,1134 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 0,0004 &= 0,00925X \\
 Pb_2 &= 0,0432 \text{ ppm} \\
 &0,0432 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\
 &= 0,0648 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Pb Lokasi 1 (sampel ikan)

$$\begin{aligned}
 Y &= bX \\
 0,006 &= 0,00925X \\
 Pb_1 &= 0,648 \text{ } \mu\text{g/mL} \\
 &0,648 \text{ } \mu\text{g/mL} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}} \\
 &= 16,200 \text{ } \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

$$0,007 = 0,00925X$$

$$Pb_2 = 0,756 \mu\text{g/mL}$$

$$0,756 \mu\text{g/mL} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$

$$= 18,900 \mu\text{g/g}$$

$$0,007 = 0,00925X$$

$$Pb_3 = 0,756 \text{ ppm}$$

$$0,756 \mu\text{g/mL} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$

$$= 18,900 \mu\text{g/g}$$

Pb Lokasi 2 (sampel ikan)

$$Y = bX$$

$$0,006 = 0,00925X$$

$$Pb_1 = 0,648 \text{ ppm}$$

$$0,648 \mu\text{g/mL} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$

$$= 16,200 \mu\text{g/g}$$

$$0,005 = 0,00925X$$

$$Pb_2 = 0,540 \text{ ppm}$$

$$0,540 \mu\text{g/mL} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$

$$= 13,500 \mu\text{g/g}$$

$$0,005 = 0,00925X$$

$$Pb_3 = 0,540 \text{ ppm}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,540 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}}{1,2 \text{ gr}}$$

$$= 13,500 \mu\text{g/g}$$

Pb Lokasi 3 (sampel ikan)

$$Y = bX$$

$$0,004 = 0,00925X$$

$$Pb_1 = 0,432 \text{ ppm}$$

$$0,432 \text{ mg/1000 mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,432 \text{ mg/1000 mL} \cdot 30 \text{ mL}}{1,2 \text{ gr}}$$

$$= 10,800 \mu\text{g/g}$$

$$0,005 = 0,00925X - 0,00215$$

$$Pb_2 = 0,540 \text{ ppm}$$

$$0,540 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,540 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}}{1,2 \text{ gr}}$$

$$= 13,500 \mu\text{g/g}$$

$$0,004 = 0,00925X - 0,00215$$

$$Pb_3 = 0,432 \text{ ppm}$$

$$0,432 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{0,432 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}}{1,2 \text{ gr}}$$

$$= 10,800 \mu\text{g/g}$$

2. Perhitungan Konsentrasi Cd Sampel Air Dan Ikan

Cd Lokasi 1 (sampel air)

$$\begin{aligned} Y &= bX \\ 0,004 &= 0,1802X \\ Cd_1 &= 0,0221 \text{ ppm} \\ 0,0221 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\ &= 0,0331 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 0,005 &= 0,1802X \\ Cd_2 &= 0,0277 \text{ ppm} \\ 0,0277 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\ &= 0,0415 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 0,006 &= 0,1802X \\ Cd_3 &= 0,0332 \text{ ppm} \\ 0,0332 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\ &= 0,0498 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Cd Lokasi 2 (sampel air)

$$\begin{aligned} Y &= bX \\ 0,006 &= 0,1802X \\ Cd_1 &= 0,0332 \text{ ppm} \\ 0,0332 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\ &= 0,0498 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 0,007 &= 0,1802X \\ Cd_2 &= 0,0388 \text{ ppm} \\ &0,0388 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\ &= 0,0582 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 0,007 &= 0,1802X \\ Cd_3 &= 0,0388 \text{ ppm} \\ &0,0388 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\ &= 0,0582 \text{ ppm} \end{aligned}$$

Cd Lokasi 3 (sampel air)

$$\begin{aligned} Y &= bX \\ 0,006 &= 0,1802X \\ Cd_1 &= 0,0332 \text{ ppm} \\ &0,0332 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\ &= 0,0498 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 0,008 &= 0,1802X \\ Cd_2 &= 0,0443 \text{ ppm} \\ &0,0443 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\ \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\ &= 0,0664 \text{ ppm} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 0,006 &= 0,1802X \\
 Cd_3 &= 0,0332 \text{ ppm} \\
 &0,0332 \text{ ppm} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{20 \text{ mL}} \\
 &= 0,0498 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

Cd Lokasi 1 (sampel ikan)

$$\begin{aligned}
 Y &= bX \\
 0,017 &= 0,1802X \\
 Cd_1 &= 0,0943 \text{ ppm} \\
 &0,0943 \text{ } \mu\text{g/mL} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}} \\
 &= 2,357 \text{ } \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 0,017 &= 0,1802X \\
 Cd_2 &= 0,0943 \text{ ppm} \\
 &0,0943 \text{ } \mu\text{g/mL} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}} \\
 &= 2,357 \text{ } \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 0,017 &= 0,1802X \\
 Cd_3 &= 0,0943 \text{ ppm} \\
 &0,0943 \text{ } \mu\text{g/mL} \cdot 1 \cdot 30 \text{ mL} \\
 \text{Konsentrasi} &= \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}} \\
 &= 2,357 \text{ } \mu\text{g/g}
 \end{aligned}$$

Cd Lokasi 2 (sampel ikan)

$$Y = bX$$

$$0,015 = 0,1802X$$

$$Cd_1 = 0,0832 \text{ ppm}$$

$$0,0832 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$
$$= 2,080 \mu\text{g/g}$$

$$0,014 = 0,1802X$$

$$Cd_2 = 0,0776 \text{ ppm}$$

$$0,0776 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$
$$= 1,940 \mu\text{g/g}$$

$$0,015 = 0,1802X$$

$$Cd_3 = 0,0832 \text{ ppm}$$

$$0,0832 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$
$$= 2,080 \mu\text{g/g}$$

Cd Lokasi 3 (sampel ikan)

$$Y = bX$$

$$0,013 = 0,1802X$$

$$Cd_1 = 0,0721 \text{ ppm}$$

$$0,0721 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$
$$= 1,802 \mu\text{g/g}$$



$$0,014 = 0,1802X$$
$$Cd_2 = 0,0776 \text{ ppm}$$
$$0,0776 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$
$$= 1,940 \mu\text{g/g}$$

$$0,013 = 0,1802X$$
$$Cd_3 = 0,0721 \text{ ppm}$$
$$0,0721 \mu\text{g/mL} \cdot 30 \text{ mL}$$

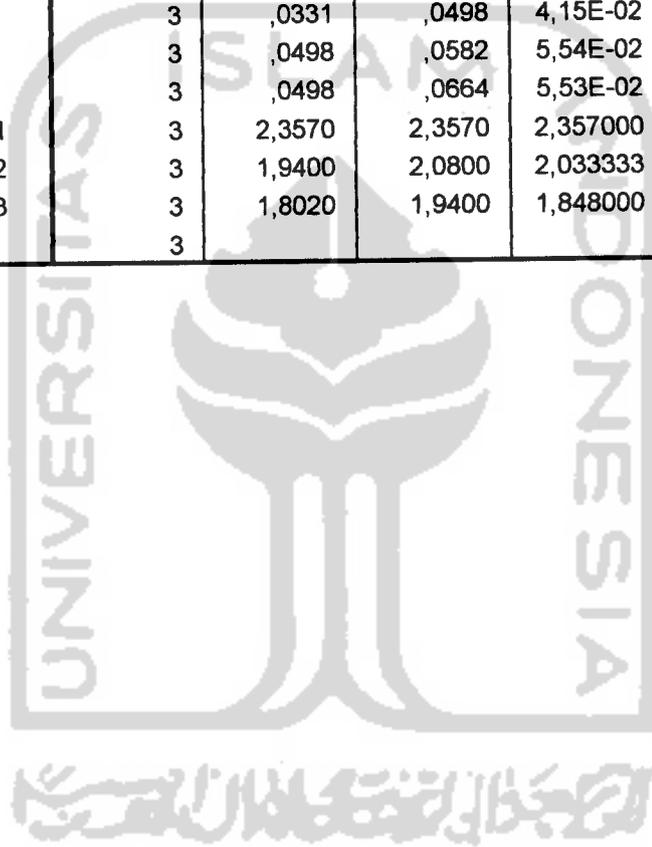
$$\text{Konsentrasi} = \frac{\quad}{1,2 \text{ gr}}$$
$$= 1,802 \mu\text{g/g}$$



Lampiran 8

Tabel 19. Gambaran Data Kandungan Logam Pb Dan Cd Sampel Air Dan Ikan

	N	Minimum	Maximum	Mean	Std. Deviation
Pb sampel air 1	3	,0162	,0648	3,78E-02	2,47459E-02
Pb sampel air 2	3	,0000	,1621	5,40E-02	9,35885E-02
Pb sampel air 3	3	,0648	,1621	,113433	4,86500E-02
Pb sampel ikan 1	3	16,2000	18,9000	18,000000	1,558846
Pb sampel ikan 2	3	13,5000	16,2000	14,400000	1,558846
Pb sampel ikan 3	3	10,8000	13,5000	11,700000	1,558846
Cd sampel air 1	3	,0331	,0498	4,15E-02	8,35005E-03
Cd sampel air 2	3	,0498	,0582	5,54E-02	4,84974E-03
Cd sampel air 3	3	,0498	,0664	5,53E-02	9,58401E-03
Cd sampel ikan 1	3	2,3570	2,3570	2,357000	,000000
Cd sampel ikan 2	3	1,9400	2,0800	2,033333	8,08290E-02
Cd sampel ikan 3	3	1,8020	1,9400	1,848000	7,96743E-02
Valid N (listwise)	3				



Lampiran 9

Tabel 20. Data Pengaruh Lokasi Sampel Terhadap Kandungan Pb Air Dan Cd air

Oneway

Descriptives

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
PB_AIR 1	3	3,78E-02	2,47459E-02	1,43E-02	-2,3672E-02	9,92722E-02	,0162	,0648
2	3	5,40E-02	9,35885E-02	5,40E-02	-,178453	,286520	,0000	,1621
3	3	,113433	4,86500E-02	2,81E-02	-7,4200E-03	,234287	,0648	,1621
Total	9	6,84E-02	6,42147E-02	2,14E-02	1,90624E-02	,117782	,0000	,1621
CD_AIR 1	3	4,15E-02	8,35005E-03	4,82E-03	2,07240E-02	6,22093E-02	,0331	,0498
2	3	5,54E-02	4,84974E-03	2,80E-03	4,33526E-02	6,74474E-02	,0498	,0582
3	3	5,53E-02	9,58401E-03	5,53E-03	3,15253E-02	7,91413E-02	,0498	,0664
Total	9	5,07E-02	9,72510E-03	3,24E-03	4,32580E-02	5,82087E-02	,0331	,0664

Test of Homogeneity of Variances

	Levene Statistic	df1	df2	Sig.
PB_AIR	3,733	2	6	,088
CD_AIR	,833	2	6	,479

ANOVA

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
PB_AIR	Between Groups	9,512E-03	2	4,756E-03	1,216	,360
	Within Groups	2,348E-02	6	3,913E-03		
	Total	3,299E-02	8			
CD_AIR	Between Groups	3,864E-04	2	1,932E-04	3,132	,117
	Within Groups	3,702E-04	6	6,170E-05		
	Total	7,566E-04	8			

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable		(I) LOKASI	(J) LOKASI	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
							Lower Bound	Upper Bound
PB_AIR	Tukey HSD	1	2	-1,623E-02	5,11E-02	,946	-,172940	,140473
			3	-7,563E-02	5,11E-02	,363	-,232340	8,10729E-02
		2	1	1,623E-02	5,11E-02	,946	-,140473	,172940
			3	-5,940E-02	5,11E-02	,515	-,216106	9,73063E-02
		3	1	7,563E-02	5,11E-02	,363	-8,1073E-02	,232340
			2	5,940E-02	5,11E-02	,515	-9,7306E-02	,216106
	Bonferroni	1	2	-1,623E-02	5,11E-02	1,000	-,184133	,151667
			3	-7,563E-02	5,11E-02	,567	-,243533	9,22665E-02
		2	1	1,623E-02	5,11E-02	1,000	-,151667	,184133
			3	-5,940E-02	5,11E-02	,867	-,227300	,108500
		3	1	7,563E-02	5,11E-02	,587	-9,2267E-02	,243533
			2	5,940E-02	5,11E-02	,867	-,108500	,227300
CD_AIR	Tukey HSD	1	2	-1,393E-02	6,41E-03	,155	-3,3612E-02	5,74502E-03
			3	-1,387E-02	6,41E-03	,157	-3,3545E-02	5,81169E-03
		2	1	1,393E-02	6,41E-03	,155	-5,7450E-03	3,36117E-02
			3	6,667E-05	6,41E-03	1,000	-1,9612E-02	1,97450E-02
		3	1	1,387E-02	6,41E-03	,157	-5,8117E-03	3,35450E-02
			2	-6,667E-05	6,41E-03	1,000	-1,9745E-02	1,96117E-02
	Bonferroni	1	2	-1,393E-02	6,41E-03	,218	-3,5017E-02	7,15066E-03
			3	-1,387E-02	6,41E-03	,222	-3,4951E-02	7,21733E-03
		2	1	1,393E-02	6,41E-03	,218	-7,1507E-03	3,50173E-02
			3	6,667E-05	6,41E-03	1,000	-2,1017E-02	2,11507E-02
		3	1	1,387E-02	6,41E-03	,222	-7,2173E-03	3,49507E-02
			2	-6,667E-05	6,41E-03	1,000	-2,1151E-02	2,10173E-02

Homogeneous Subsets

PB_AIR

LOKASI	N	Subset for alpha = .05
		1
Tukey HSD ^a		
1	3	3,78E-02
2	3	5,40E-02
3	3	,113433
Sig.		,363

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

CD_AIR

		Subset for alpha = .05	
LOKASI		N	1
Tukey HSD ^a	1	3	4,15E-02
	3	3	5,53E-02
	2	3	5,54E-02
Sig.			,155

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.



Lampiran 10

Tabel 21. Data Pengaruh Lokasi Sampel Terhadap Kandungan Pb Ikan Dan Cd Ikan
Oneway

Descriptives

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
PB_IKAN 1	3	18,00000	1,55885	,90000	14,12761	21,87239	16,200	18,900
2	3	14,40000	1,55885	,90000	10,52761	18,27239	13,500	16,200
3	3	11,70000	1,55885	,90000	7,82761	15,57239	10,800	13,500
Total	9	14,70000	3,05205	1,01735	12,35399	17,04601	10,800	18,900
CD_IKAN 1	3	2,35700	,00000	,00000	2,35700	2,35700	2,357	2,357
2	3	2,03333	8,0829E-02	4,67E-02	1,83254	2,23412	1,940	2,080
3	3	1,84800	7,9674E-02	4,60E-02	1,65008	2,04592	1,802	1,940
Total	9	2,07944	,23020	7,67E-02	1,90249	2,25640	1,802	2,357

Test of Homogeneity of Variances

	Levene Statistic	df1	df2	Sig.
PB_IKAN	,000	2	6	1,000
CD_IKAN	8,001	2	6	,020

ANOVA

		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
PB_IKAN	Between Groups	59,940	2	29,970	12,333	,007
	Within Groups	14,580	6	2,430		
	Total	74,520	8			
CD_IKAN	Between Groups	,398	2	,199	46,368	,000
	Within Groups	2,576E-02	6	4,294E-03		
	Total	,424	8			

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable	(I) LOKAS	(J) LOKAS	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval		
						Lower Bound	Upper Bound	
PB_IKAN	Tukey HSD	1	2	3,60000	1,27279	,067	-,30529	7,50529
		3	6,30000*	1,27279	,006	2,39471	10,20529	
		2	1	-3,60000	1,27279	,067	-7,50529	,30529
		3	2,70000	1,27279	,165	-1,20529	6,60529	
		3	1	-6,30000*	1,27279	,006	-10,20529	-2,39471
		2	-2,70000	1,27279	,165	-6,60529	1,20529	
	Bonferroni	1	2	3,60000	1,27279	,090	-,58425	7,78425
		3	6,30000*	1,27279	,008	2,11575	10,48425	
		2	1	-3,60000	1,27279	,090	-7,78425	,58425
		3	2,70000	1,27279	,234	-1,48425	6,88425	
		3	1	-6,30000*	1,27279	,008	-10,48425	-2,11575
		2	-2,70000	1,27279	,234	-6,88425	1,48425	
CD_IKAN	Tukey HSD	1	2	,32367*	5,35E-02	,002	,15951	,48783
		3	,50900*	5,35E-02	,000	,34484	,67316	
		2	1	-,32367*	5,35E-02	,002	-,48783	-,15951
		3	,18533*	5,35E-02	,031	2,1172E-02	,34949	
		3	1	-,50900*	5,35E-02	,000	-,67316	-,34484
		2	-,18533*	5,35E-02	,031	-,34949	2,11723E-02	
	Bonferroni	1	2	,32367*	5,35E-02	,003	,14778	,49955
		3	,50900*	5,35E-02	,000	,33311	,68489	
		2	1	-,32367*	5,35E-02	,003	-,49955	-,14778
		3	,18533*	5,35E-02	,040	9,4462E-03	,36122	
		3	1	-,50900*	5,35E-02	,000	-,68489	-,33311
		2	-,18533*	5,35E-02	,040	-,36122	9,44623E-03	

*. The mean difference is significant at the .05 level.

Homogeneous Subsets

PB_IKAN

LOKASI	N	Subset for alpha = .05	
		1	2
Tukey HSD ^a	3	11,70000	14,40000
	2	14,40000	18,00000
	1		
Sig.		,165	,067

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

CD_IKAN

LOKASI	N	Subset for alpha = .05		
		1	2	3
Tukey HSD ^a	3	1,84800		
	2		2,03333	
	1			2,35700
Sig.		1,000	1,000	1,000

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.



Lampiran 11

Tabel 22. Data Pengaruh Kandungan Pb air Terhadap Pb Ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel Oneway

Descriptives

PB_IKAN

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
,0000	2	14,85000	1,90919	1,35000	-2,30338	32,00338	13,500	16,200
,0162	1	18,90000	,	,	,	,	18,900	18,900
,0324	1	18,90000	,	,	,	,	18,900	18,900
,0648	2	14,85000	1,90919	1,35000	-2,30338	32,00338	13,500	16,200
,1134	1	10,80000	,	,	,	,	10,800	10,800
,1621	2	12,15000	1,90919	1,35000	-5,00338	29,30338	10,800	13,500
Total	9	14,70000	3,05205	1,01735	12,35399	17,04601	10,800	18,900

Test of Homogeneity of Variances

PB_IKAN

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
2,2E+16	5	3	,000

ANOVA

PB_IKAN

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	63,585	5	12,717	3,489	,166
Within Groups	10,935	3	3,645		
Total	74,520	8			

Lampiran 12

Tabel 23. Data Pengaruh Kandungan Cd air Terhadap Cd Ikan Pada Lokasi Pengambilan Sampel Oneway

Descriptives

CD_IKAN

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
,0331	1	2,35700	,	,	,	,	2,357	2,357
,0415	1	2,35700	,	,	,	,	2,357	2,357
,0498	4	2,01025	,26573	,13286	1,58741	2,43309	1,802	2,357
,0582	2	2,01000	9,8995E-02	7,00E-02	1,12057	2,89943	1,940	2,080
,0664	1	1,94000	,	,	,	,	1,940	1,940
Total	9	2,07944	,23020	7,67E-02	1,90249	2,25640	1,802	2,357

Test of Homogeneity of Variances

CD_IKAN

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
2,035	4	4	,254

ANOVA

CD_IKAN

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	,202	4	5,058E-02	,913	,534
Within Groups	,222	4	5,541E-02		
Total	,424	8			

Lampiran 13

Pembuatan Reagen

1. Pembuatan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ 10 %

$$\begin{aligned} & (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8 \text{ 10 \% (b/v)} \\ & 10 \% = \frac{\text{gr}}{\text{v}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{gr} &= 10 \% \cdot 10 \text{ mL} \\ &= 1 \text{ gr} \end{aligned}$$

Ditimbang 1 gr kristal $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ dan dilarutkan dalam 10 ml aquabides

2. Pembuatan larutan HNO_3 0,1 M

HNO_3 0,1 M \longrightarrow 100 ml aquabides

$$\begin{aligned} \text{HNO}_3 \text{ pekat} &= 65 \% \\ \text{BJ} &= \frac{\text{gr}}{\text{mL}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{gr} &= \text{BJ} \cdot \text{mL} \\ &= 1,40 \cdot 1000 \text{ mL} \\ &= 1400 \text{ gr} \end{aligned}$$

$$M = \frac{\text{gr}}{\text{BM} \cdot L}$$

$$= \frac{1400 \text{ gr}}{63,01 \cdot 1 L}$$

$$= 22,21 \text{ M}$$

$$\begin{aligned} \text{BM H} &= 1,007 \\ \text{N} &= 14,006 \\ \text{O} &= 15,999 \\ \text{BM HNO}_3 &= 63,01 \end{aligned}$$

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$x \cdot 22,21 \text{ M} = 100 \text{ mL} \cdot 0,1 \text{ M}$$

$$x = 0,450 \text{ mL}$$

Diambil 0,450 mL HNO₃ pekat dan dilarutkan dalam 100 mL aquabides

3. Pembuatan larutan NaOH 0,1 M

$$M = \frac{\text{gr}}{\text{BM} \cdot \text{L}}$$

$$0,1 \text{ M} = \frac{\text{gr}}{39,986 \cdot 0,1 \text{ L}}$$

$$= 0,3998 \text{ gr}$$

Ditimbang 0,3998 gr kristal NaOH dan dilarutkan dalam 100 mL aquabides

4. Pembuatan larutan KCN 10 %

$$\text{KCN } 10 \% = (\text{b/v})$$

$$10 \% = \frac{\text{gr}}{\text{v}}$$

$$\text{gr} = 10 \% \cdot 10 \text{ mL}$$

$$= 1 \text{ gr}$$

Ditimbang 1 gr kristal KCN dan dilarutkan dalam 10 mL aquabides

5. Pembuatan larutan induk ditizon 0,01 M

ditizon $(C_6H_5)_2N_4H_2CS$

$$C = 12,01115$$

$$H = 1,007$$

$$S = 32,064$$

$$N = 14,006$$

$$BM \text{ ditizon} = 256,316$$

$$M = \frac{\text{gr}}{BM \cdot L}$$

$$0,01 \text{ M} = \frac{\text{gr}}{256,316 \cdot 0,01 \text{ L}}$$

$$\text{gr} = 0,0256 \text{ gr}$$

Ditimbang 0,0256 kristal ditizon dan dilarutkan dalam 10 mL kloroform.

6. Pembuatan larutan ditizon kloroform $5 \cdot 10^{-4}$ M

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$x \cdot 0,01 \text{ M} = 100 \text{ mL} \cdot 5 \cdot 10^{-4} \text{ M}$$

$$x = 5 \text{ mL}$$

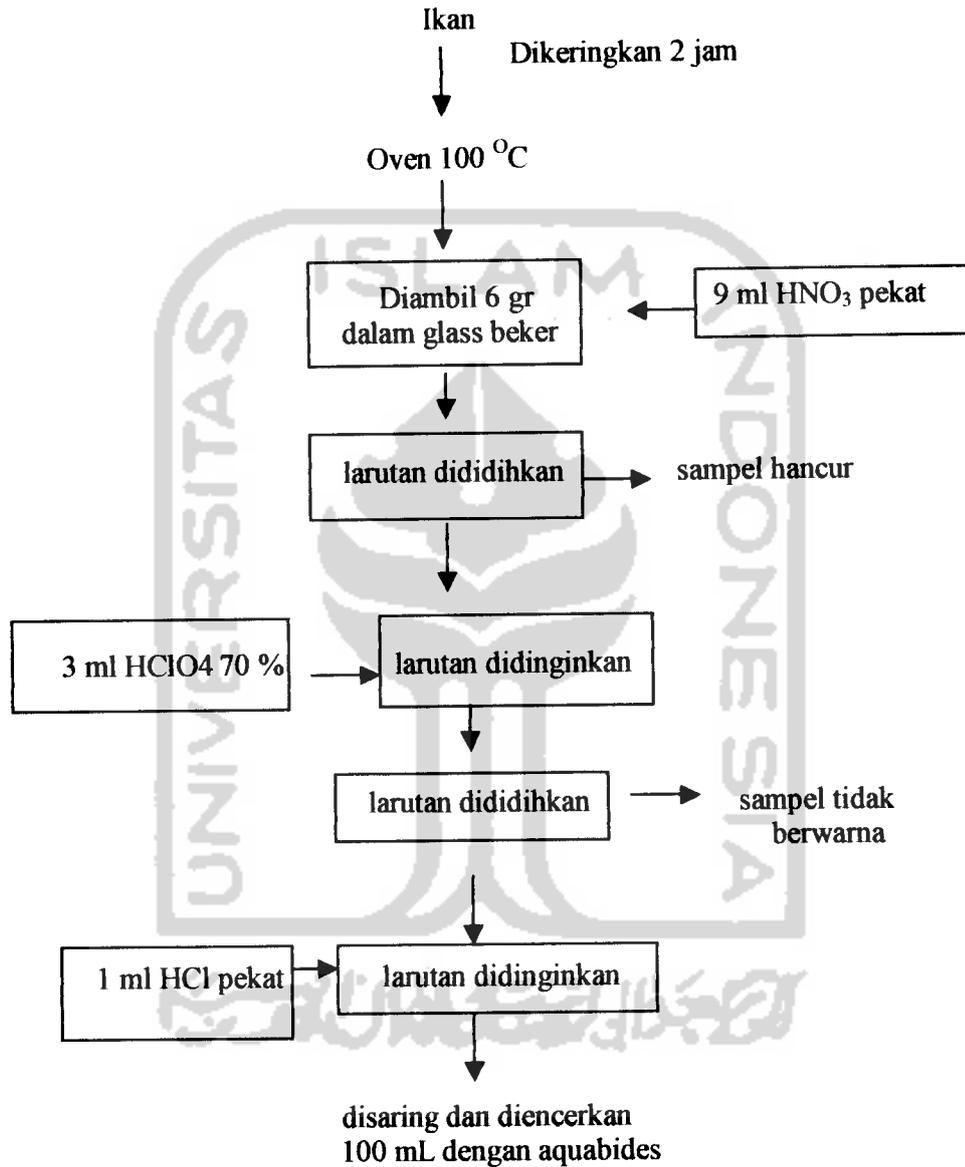
Jadi diambil larutan ditizon kloroform 0,01 M sebanyak 5 mL dilarutkan dalam 100 mL kloroform.



Lampiran 14

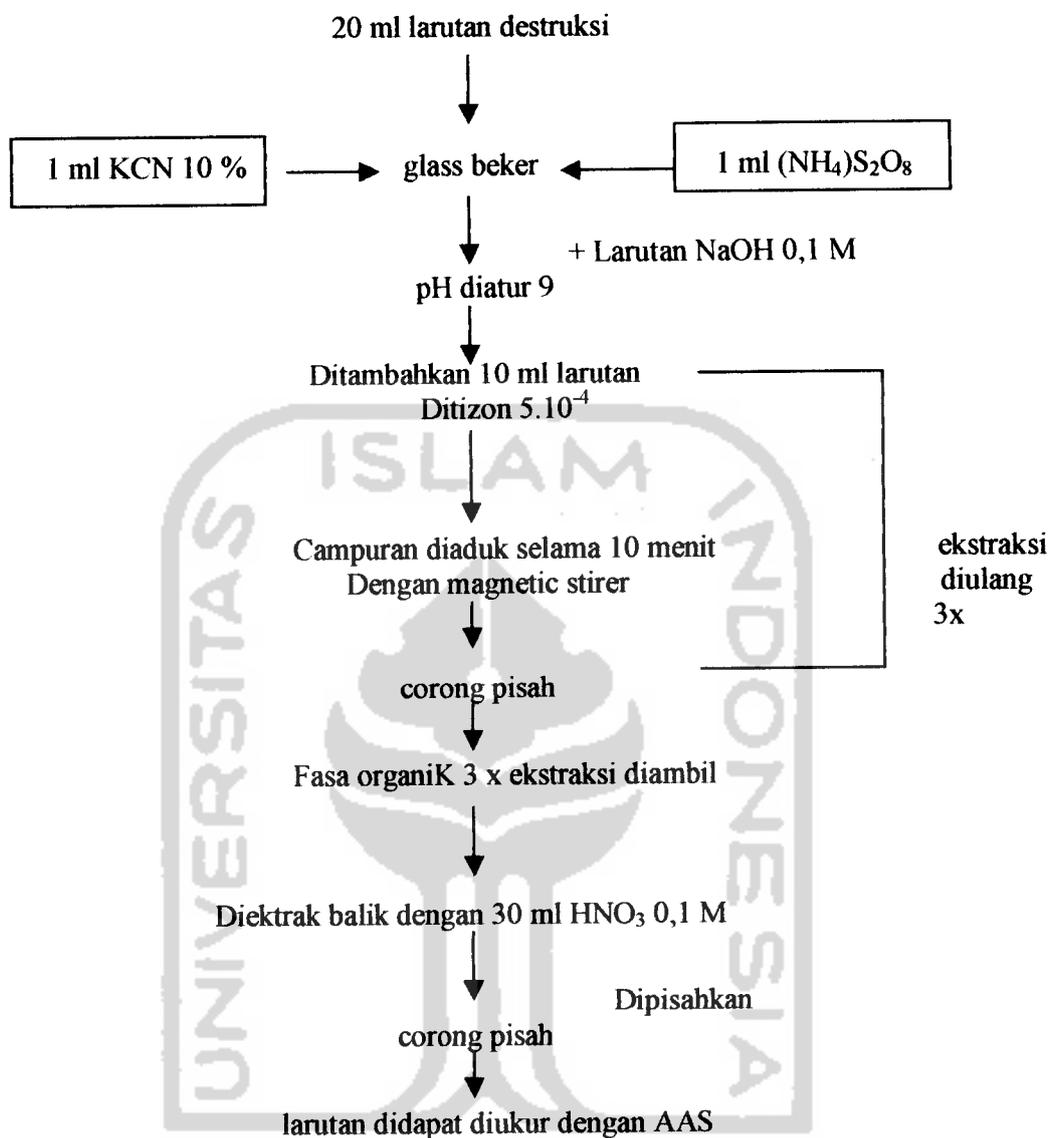
Sistematika Kerja Penelitian yang dilakukan

1. Destruksi Sampel



Gambar 7. Sistematika kerja proses destruksi ikan

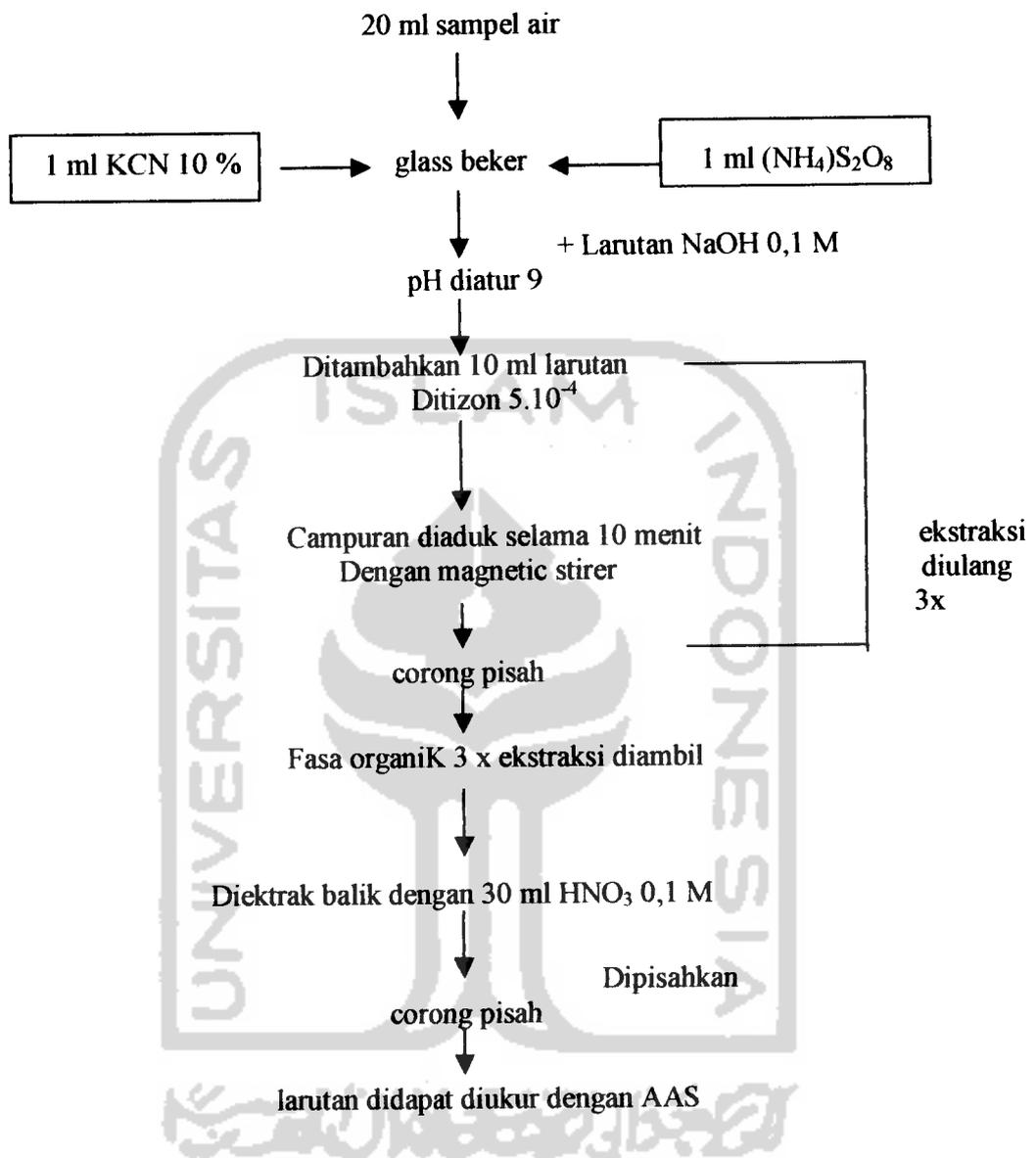
2. Penentuan Pb sampel ikan dengan ekstraksi ditizon



ekstraksi dilakukan pada 3 lokasi pengambilan sampel dan Pengukuran yang sama dilakukan untuk Cd dengan pengaturan pH 11

Gambar 8. Sistematika kerja proses ekstraksi logam Pb sampel ikan

3. Penentuan Pb sampel air dengan ekstraksi ditizon



ekstraksi dilakukan pada 3 lokasi pengambilan sampel dan Pengukuran yang sama dilakukan untuk Cd dengan pengaturan pH 11

Gambar 9. Sistematika kerja proses ekstraksi logam Pb sampel air

Ditetapkan di : J A K A R T A
Pada tanggal : 26. Pebruari 1986

MENTERI KESEHATAN REPUBLIK INDONESIA,

td.

dr. SUWARDJONO SURJANINGRAT

Tembusan :

1. Menteri Perindustrian Republik Indonesia,
2. Menteri Perdagangan Republik Indonesia,
3. Menteri Dalam Negeri Republik Indonesia,
4. Sekretariat Jenderal Departemen Kesehatan RI,
5. Inspektur Jenderal Departemen Kesehatan RI,
6. Para Direktur Jenderal di lingkungan Departemen Kesehatan RI,
7. Kepala Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan Dep. Kes. RI,
8. Para Gubernur/Kepala Daerah Tingkat I di Seluruh Indonesia,
9. Para Kepala Kantor Wilayah Dep. Kes. di Propinsi di Seluruh Indonesia,
10. Kepala Dinas Kesehatan Daerah Tingkat I di Seluruh Indonesia.





KEPUTUSAN DIREKTUR JENDERAL PENGAWASAN OBAT DAN MAKANAN
NOMOR : 03725/B/SK/VII/89

TENTANG

BATAS MAKSIMUM CEMARAN LOGAM DALAM MAKANAN
DIREKTUR JENDERAL PENGAWASAN OBAT DAN MAKANAN

- Menimbang : a. bahwa dalam rangka melindungi kesehatan masyarakat, makanan yang diedarkan perlu memenuhi syarat kesehatan,
b. bahwa salah satu upaya untuk melindungi kesehatan masyarakat adalah dengan menetapkan Batas Maksimum Cemar Logam;
c. bahwa sehubungan dengan hal tersebut diatas, perlu ditetapkan Keputusan Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan tentang Batas Maksimum Cemar Logam Dalam Makanan.

Mengingat : Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 329/Menkes/Per/XII/76 tentang Produksi dan Peredaran Makanan.

MEMUTUSKAN :

Menetapkan :

Pertama : Keputusan Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan tentang Batas Maksimum Cemar Logam Dalam Makanan.

Kedua : Makanan yang diproduksi dan diedarkan harus memenuhi persyaratan tentang batas maksimum cemaran logam.

Ketiga : Batas maksimum cemaran logam dalam makanan seperti tercantum pada Lampiran Keputusan ini.

Keempat : Batas cemaran logam pada makanan lain, cara pengujian dan hal lain yang belum cukup diatur dalam Keputusan ini akan ditetapkan lebih lanjut oleh Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan.

Kelima : Keputusan ini mulai berlaku sejak tanggal ditetapkan.

Ditetapkan di : JAKARTA
Pada tanggal : 10 Juli 1989

DIREKTUR JENDERAL PENGAWASAN
OBAT DAN MAKANAN

ttd.

DRS. SLAMET SOESILO
NIP 140051341



LAMPIRAN SURAT KEPUTUSAN DIREKTUR JENDERAL
PENGAWASAN OBAT DAN MAKANAN
NOMOR : 03725/B/SK/VII/89

TENTANG

BATAS MAKSIMUM CEMARAN LOGAM DALAM MAKANAN

No.	KOMODITI	Arsen (As) mg/kg	Timbal (Pb) mg/kg	Tembaga (Cu) mg/kg	Seng (Zn) mg/kg	Timah (Sn) mg/kg	Raksa (Mg) mg/kg	KETERANGAN
I.	Buah dan Hasil Olah							
	1. Acar buah	1,0	10,0	30,0	40,0	40,0 (250,0 *)	-	Dihitung terhadap makanan yang siap dikonsumsi/diminum
	2. Sari Buah	0,2	0,3	5,0	5,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
	3. Sari buah konsentrat	0,2	0,3	5,0	5,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
	4. Selain dan sejenisnya	1,0	1,5	10,0	40,0	40,0 (250,0 *)	-	
	5. Tomat dan hasil olahannya	1,0	1,0	50,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
	6. Buah dan hasil olahannya yang tidak tertera di atas	1,0	2,0	5,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
II.	COKLAT, KOPI, TEH							
	1. Coklat bubuk	1,0	2,0	50,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	Dihitung terhadap bahan yang sudah dikeringkan dan bebas lemak.
	2. Kopi bubuk	1,0	2,0	30,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
	3. Teh	1,0	2,0	150,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
III.	DAGING DAN HASIL OLAHNYA	1,0	2,0	20,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
IV.	GULA, MADU							
	1. Fruktosa	1,0	0,5	2,0	-	-	-	
	2. Gula pasir, Glukosa	1,0	2,0	2,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
	3. Sirup	0,5	1,0	10,0	25,0	-	-	
	4. Madu	1,0	10,0	30,0	-	-	-	
V.	IKAN DAN HASIL OLAHNYA	1,0	2,0	20,0	100,0	40,0 (250,0 *)	0,5	
VI.	MAKANAN BAYI DAN ANAK							

	1. Pengganti air susu ibu (Susu bayi)	0,1	0,3	5,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	Dihitung terhadap makanan yang siap dikonsumsi/diminum.
	2. Makanan bayi dan anak	0,1	0,3	5,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	Dihitung terhadap makanan yang siap dikonsumsi.
VII.	MINYAK DAN LEMAK							
	1. Margarin	0,1	0,1	0,1	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
	2. Minyak nabati yang dimurnikan	0,1	0,1	0,1	40,0	40,0 (250,0 *)	0,05	
VIII.	MINUMAN RINGAN							
	1. Es Lilin	0,5	1,0	20,0				
	2. Minuman ringan	0,1	0,2	2,0	5,0	40,0 (250,0 *)		
IX.	MINUMAN KERAS	0,1	0,2	2,0	2,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
X.	MINUMAN BUBUK	0,1	0,2	2,0	5,0	40,0 (250,0 *)		Dihitung terhadap makanan yang siap dikonsumsi/diminum.
XI.	REMPAH-REMPAH DAN BUMBU							
	1. Rempah-rempah, -bumbu	0,1	10,0	30,0				Dihitung terhadap bahan yang sudah dikeringkan.
	2. Kecap	0,5	1,0	30,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,05	
	3. Ragi	2,0	5,0	60,0	40,0			Dihitung terhadap bahan yang sudah dikeringkan.
XII.	SAYURAN DAN HASIL OLAHNYA							
	1. Acar sayuran	1,0	10,0	30,0	40,0	40,0 (250,0 *)		
	2. Sayuran dan hasil olahnya yang tidak tertera di atas	1,0	2,0	5,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	
XIII.	SUSU DAN HASIL OLAHNYA							
	1. Es krim	0,5	1,0	20,0				
	2. Montega	0,1	0,1	0,1		40,0 (250,0 *)	0,03	
	3. Susu dan hasil olahnya yang tidak tertera di atas	0,1	0,3	20,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	Dihitung terhadap makanan yang siap dikonsumsi/diminum.
XIV.	TEPUNG DAN HASIL OLAHNYA	0,5	1,0	10,0	40,0		0,05	
XV.	MAKANAN LAIN YANG TIDAK TERTERA DI ATAS	1,0	2,0	30,0	40,0	40,0 (250,0 *)	0,03	

: Untuk produk yang dikemas dalam kaleng.

DAFTAR TABEL-F

DF-2	DF-1											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	161.4476	199.5	215.7073	224.5833	230.1619	233.986	236.7684	238.8827	240.5433	241.8818	242.9835	243.906
2	18.5128	19	19.16429	19.2468	19.2964	19.3295	19.3532	19.371	19.3848	19.3959	19.405	19.4125
3	10.128	9.5521	9.276628	9.1172	9.0135	8.9406	8.8867	8.8452	8.8123	8.78552	8.7633	8.7446
4	7.7086	6.9443	6.591382	6.3882	6.2561	6.1631	6.0942	6.041	5.9988	5.96437	5.9358	5.9117
5	6.6079	5.7861	5.409451	5.1922	5.0503	4.9503	4.8759	4.8183	4.7725	4.73506	4.704	4.6777
6	5.9874	5.1433	4.757063	4.5337	4.3874	4.2839	4.2067	4.1468	4.099	4.05996	4.0274	3.9999
7	5.5914	4.7374	4.346831	4.1203	3.9715	3.866	3.787	3.7257	3.6767	3.63652	3.603	3.5747
8	5.3177	4.459	4.066181	3.8379	3.6875	3.5806	3.5005	3.4381	3.3881	3.34716	3.313	3.2839
9	5.1174	4.2565	3.862548	3.6331	3.4817	3.3738	3.2927	3.2296	3.1789	3.13728	3.1025	3.0729
10	4.9646	4.1028	3.708265	3.478	3.3258	3.2172	3.1355	3.0717	3.0204	2.97824	2.943	2.913
11	4.8443	3.9823	3.587434	3.3567	3.2039	3.0946	3.0123	2.948	2.8962	2.85362	2.8179	2.7876
12	4.7472	3.8853	3.490295	3.2592	3.1059	2.9961	2.9134	2.8486	2.7964	2.75339	2.7173	2.6866
13	4.6672	3.8056	3.410534	3.1791	3.0254	2.9153	2.8321	2.7669	2.7144	2.67102	2.6347	2.6037
14	4.6001	3.7389	3.343889	3.1122	2.9582	2.8477	2.7642	2.6987	2.6458	2.60216	2.5655	2.5342
15	4.5431	3.6823	3.287382	3.0556	2.9013	2.7905	2.7066	2.6408	2.5876	2.54372	2.5068	2.4753
16	4.494	3.6337	3.238872	3.0069	2.8524	2.7413	2.6572	2.5911	2.5377	2.49351	2.4564	2.4247
17	4.4513	3.5915	3.196777	2.9647	2.81	2.6987	2.6143	2.548	2.4943	2.44992	2.4126	2.3807
18	4.4139	3.5546	3.159908	2.9277	2.7729	2.6613	2.5767	2.5102	2.4563	2.4117	2.3742	2.3421
19	4.3807	3.5219	3.12735	2.8951	2.7401	2.6283	2.5435	2.4768	2.4227	2.37793	2.3402	2.308
20	4.3512	3.4928	3.098391	2.8661	2.7109	2.599	2.514	2.4471	2.3928	2.34788	2.31	2.2776
21	4.3248	3.4668	3.072467	2.8401	2.6848	2.5727	2.4876	2.4205	2.366	2.32095	2.2829	2.2504
22	4.3009	3.4434	3.049125	2.8167	2.6613	2.5491	2.4638	2.3965	2.3419	2.2967	2.2585	2.2258
23	4.2793	3.4221	3.027998	2.7955	2.64	2.5277	2.4422	2.3748	2.3201	2.27473	2.2364	2.2036
24	4.2597	3.4028	3.008787	2.7763	2.6207	2.5082	2.4226	2.3551	2.3002	2.25474	2.2163	2.1834
25	4.2417	3.3852	2.991241	2.7587	2.603	2.4904	2.4047	2.3371	2.2821	2.23647	2.1979	2.1649
26	4.2252	3.369	2.975154	2.7426	2.5868	2.4741	2.3883	2.3205	2.2655	2.21972	2.1811	2.1479
27	4.21	3.3541	2.960351	2.7278	2.5719	2.4591	2.3732	2.3053	2.2501	2.20429	2.1655	2.1323
28	4.196	3.3404	2.946685	2.7141	2.5581	2.4453	2.3593	2.2913	2.236	2.19004	2.1512	2.1179
29	4.183	3.3277	2.93403	2.7014	2.5454	2.4324	2.3463	2.2783	2.2229	2.17684	2.1379	2.1045
30	4.1709	3.3158	2.922277	2.6896	2.5336	2.4205	2.3343	2.2662	2.2107	2.16458	2.1256	2.0921
31	4.1588	3.3039	2.910524	2.6778	2.5218	2.4086	2.3223	2.2541	2.1985	2.15232	2.1133	2.0797
32	4.1467	3.292	2.898771	2.666	2.51	2.3967	2.3103	2.242	2.1863	2.14006	2.101	2.0673
33	4.1346	3.2801	2.887018	2.6542	2.4982	2.3848	2.2983	2.2299	2.1741	2.1278	2.0887	2.0549
34	4.1225	3.2682	2.875265	2.6424	2.4864	2.3729	2.2863	2.2178	2.1619	2.11554	2.0764	2.0425
35	4.1104	3.2563	2.863512	2.6306	2.4746	2.361	2.2743	2.2057	2.1497	2.10328	2.0641	2.0301