

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM
BERAT BERAT MERKURI (Hg) PADA PRODUK RAJUNGAN
KALENG DI BALAI PENGUJIAN MUTU HASIL PERIKANAN
KELAS A SEMARANG**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat
Ahli Madya (A.Md.Si) Analis Kimia Program D III Analisis Kimia**



Disusun oleh :

Kona'ah

NIM : 17231026

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM
BERAT BERAT MERKURI (Hg) PADA PRODUK RAJUNGAN
KALENG DI BALAI PENGUJIAN MUTU HASIL PERIKANAN
KELAS A SEMARANG**

**VERIFICATION METHOD OF HEAVY METAL MERCURY
(Hg) DETERMINATION IN TINNED CRAB PRODUCT AT
BALAI PENGUJIAN MUTU HASIL PERIKANAN KELAS A
SEMARANG**



Disusun oleh :

Kona'ah

NIM : 17231026

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA**

2020

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT
BERAT MERKURI (Hg) PADA PRODUK RAJUNGAN KALENG DI
BALAI PENGUJIAN MUTU HASIL PERIKANAN KELAS A
SEMARANG**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Kona'ah

NIM: 17231026

**Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi D III Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Pada Tanggal 21 Juli 2020**

Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing



Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si

NIK. 132311102



Muhaimin, S.Si., M.Sc.

NIK. 156141305

**VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT
BERAT MERKURI (Hg) PADA PRODUK RAJUNGAN KALENG DI
BALAI PENGUJIAN MUTU HASIL PERIKANAN KELAS A
SEMARANG**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Kona'ah
NIM: 17231026

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji Pada Tanggal 21 Juli 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing



Muhaimin, S.Si., M.Sc.
NIK. 156141305

Penguji I



Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.
NIK. 132311102

Penguji II



Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc.
NIK. 132311101

Mengetahui,

Dean Fakultas MIPA UII



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

NIK. 00610101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya disuatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan oleh orang lain, kecuali secara tertulis diacu dalam naskah ini dan dicantumkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 21 Juli 2020



Kona'ah

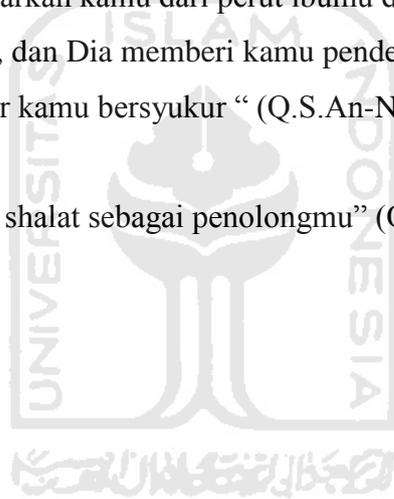
MOTTO

“Percayalah bahwa Allah selalu mempunyai rencana terbaik untuk hamba - hambanya, dan pilihan-Nya selalu yang terbaik”

“Sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Maka apabila engkau telah selesai (dari sesuatu urusan), tetaplah bekerja keras (untuk urusan yang lain), dan hanya kepada Tuhanmulah engkau berharap” (Q.S.Asy-Syarh : 6-8).

“Dan Allah mengeluarkan kamu dari perut ibumu dalam keadaan tidak mengetahui sesuatu pun, dan Dia memberi kamu pendengaran, penglihatan, dan hati, agar kamu bersyukur “ (Q.S.An-Nahl:78)

Jadikanlah sabar dan shalat sebagai penolongmu” (Q.S.Al Baqarah :45)



PERSEMBAHAN

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah SWT. yang telah memberikan rahmat serta hidayah-Nya yang tak terhingga dan tak bisa dikira besarnya. Syukur Alhamdulillah laporan ini dapat terselesaikan, akan kupersembahkan karya kecilku ini yang pertama untuk keluargaku yaitu bapak, ibu, serta adikku sebagai tanda hormat, terima kasih dan cinta yang tak terhingga. Begitu besar kasih dan sayang yang kalian telah berikan. Besarnya dukungan baik moral maupun materil yang selalu kalian berikan dalam setiap langkahku. Semoga ini dapat menjadi langkah awalku untukku bisa membuat bangga kalian.

Kedua, kupersembahkan karya kecilku ini untuk keluarga besar D III Analisis Kimia, teruntuk dosen – dosen dan para staf yang telah memberikan banyak ilmu, pembelajaran, dan pengalaman yang luar biasa dan bermanfaat untuk bekal ku dihari kemudian. Syukur Alhamdulillah Allah telah memberikan kesempatan untuk bisa berada diantara kalian.

Ketiga, kupersembahkan karya kecilku ini untuk kalian teman-temanku, yang selalu ada dan memberikan dukungan dan semangatnya untuk ku hingga detik ini. Bersyukur telah dipertemukan oleh Allah dengan kalian.

KATA PENGANTAR



Assalamu'alaikum wr.wb.

Puji syukur kehadiran Allah SWT. yang telah memberikan rahmat, karunia, serta hidayahnya sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir ini dengan baik tanpa kurang suatu apapun. Sholawat serta salam tak lupa selalu kita sanjungkan kepada junjungan kita, Nabi besar Muhammad. SAW yang kita nanti-nantikan syafaatnya kelak di *yaumul qiyamah*.

Alhamdulillah berkat rahmat dan ridha dari Allah SWT. penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul Verifikasi Metode Penentuan Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Produk Rajungan Kaleng Di Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan Kelas A Semarang.

Selama pelaksanaan, penyusunan laporan, serta penyelesaian Tugas Akhir ini, penulis banyak mendapatkan berbagai bantuan dan pengetahuan dari berbagai pihak. Penulis pada kesempatan yang baik ini ingin mengucapkan banyak-banyak terima kasih kepada semua pihak yang telah ikut mendukung dan berperan dalam proses penyusunan laporan ini, antara lain:

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Muhaimin, S.Si., M.Sc. selaku dosen pembimbing PKL dan Tugas Akhir yang telah membimbing dan memberi dukungan hingga laporan ini dapat terselesaikan.
4. Dewi Yuliawati, S.Pi., M.Si. selaku Kepala Seksi Pengujian Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan Kelas A Semarang yang telah memberikan izin untuk dapat melakukan PKL di Laboratorium Kimia BPMHP Kelas A Semarang.

5. Mulyono, S.Tp. selaku pembimbing Instansi yang telah memberikan pengetahuan, nasehat, dan bimbingannya kepada saya selama masa PKL saya di Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan Kelas A Semarang.
6. Chairul Anam, S.Kom. selaku pembimbing lapangan yang telah memberikan bimbingannya selama masa PKL saya di Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan Kelas A Semarang.
7. Dyah Hartowati, M.M. selaku Kepala Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan Kelas A Semarang, yang telah memberikan izin kepada saya untuk dapat melakukan PKL di BPMHP Kelas A Semarang.

Penulis menyadari bahwa laporan ini sngat jauh dari kata sempurna, oleh karenanya penulis mengharapkan adanya saran dan kritik dari pembaca semua, demi untuk menyempurnakan laporan ini. Penulis juga memohon maaf yang sebesar-besarnya apabila dalam penyusunan laporan ini terdapat banyak kesalahan dan kekurangan. Semoga laporan ini dapat bermanfaat untuk semuanya.

Wassalamu'alaikum Wr.Wb.

Yogyakarta, 21 Juli 2020

Penyusun

VERIFIKASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT BERAT MERKURI (Hg) PADA PRODUK RAJUNGAN KALENG DI BALAI PENGUJIAN MUTU HASIL PERIKANAN KELAS A SEMARANG

Kona'ah

NIM : 17231026

Email: gonaah111@gmail.com

INTISARI

Telah dilakukan verifikasi metode analisis penentuan logam berat merkuri pada produk rajungan kaleng di Laboratorium Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan Kelas A Semarang. Pengujian ini mengacu pada SNI 2354.6:2016. Penentuan kadar logam berat merkuri pada sampel dilakukan dengan menggunakan metode *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GFAAS)*. Proses verifikasi ini dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui keberterimaan metode berdasarkan parameter verifikasi yang mencakup linieritas, akurasi, presisi, limit deteksi dan limit kuantitasi, serta mengetahui kadar logam berat merkuri yang ada pada sampel rajungan kaleng. Berdasarkan hasil verifikasi yang telah dilakukan diperoleh hasil linieritas berupa koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9975, hasil tersebut memenuhi syarat yaitu $\geq 0,997$. Akurasi sebagai *trueness* sebesar 96,23%, hasil tersebut dapat dikatakan baik karena mendekati 100% dan Akurasi dalam *%recovery* sebesar 95,41%, berada pada rentang 80% -110%. Presisi berupa *%RSD* sebesar 11,47% untuk pengujian sampel rajungan dan 1,30% untuk sampel CRM, semua hasil presisi masuk kedalam persyaratan yang ada yaitu maksimum 32%. Limit deteksi instrumen sebesar 0,0186 mg/g, limit deteksi metode sebesar 0,0028 mg/Kg dan limit kuantitasi sebesar 0,02158 mg/Kg. Berdasarkan hasil verifikasi tersebut semuanya telah memenuhi syarat keberterimaan metode yang diminta, sehingga metode ini dapat diterapkan di laboratorium. Kadar logam berat merkuri pada sampel diperoleh sebesar 0,0989 mg/Kg, kadar merkuri pada sampel ini masih dalam kadar aman karena dibawah 0,5 mg/Kg berdasarkan SNI 6929:2016 tentang persyaratan mutu untuk produk rajungan kaleng.

Kata Kunci : merkuri, rajungan, verifikasi metode.

DAFTAR ISI

LAPORAN TUGAS AKHIR.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
PERNYATAAN.....	v
MOTTO	vi
PERSEMBAHAN.....	vii
KATA PENGANTAR	viii
INTISARI.....	x
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	16
1.1 Latar Belakang	16
1.2 Rumusan Masalah	17
1.3 Tujuan.....	17
1.4 Manfaat.....	17
BAB II DASAR TEORI	18
2.1 Profil Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan Semarang	18
2.2 Rajungan (<i>Portunus Pelagicus</i>).....	19
2.3 Merkuri.....	21
2.4 Analisis Merkuri (Hg)	22
2.5 <i>Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GF AAS)</i>	23
2.6 Verifikasi Metode.....	25
BAB III METODOLOGI.....	29
3.1 Alat dan Bahan	29
3.1.1 Alat.....	29
3.1.2 Bahan.....	29
3.2 Skema Kerja	29
3.2.1 Pembuatan Larutan Pengencer Contoh HNO ₃ - H ₂ SO ₄	29

3.2.2 Pembuatan Larutan Pengencer standar $\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{SO}_4$ (1+1).....	29
3.2.3 Pembuatan larutan Asam nitrat (HNO_3) 0,1 M.....	30
3.2.4 Pembuatan Larutan Phosphate Modifier.....	30
3.2.5 Pembuatan Larutan Standar Merkuri.....	30
3.2.6 Pengukuran Merkuri Pada Sampel Rajungan.....	30
3.2.7 Penentuan Linieritas.....	31
3.2.8 Uji Presisi.....	31
3.2.9 Uji Akurasi.....	31
3.2.10 Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi.....	32
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	33
4.1 Verifikasi Metode.....	33
4.1.1 Linieritas.....	33
4.1.2 Akurasi.....	34
4.1.3 Presisi.....	36
4.1.4 Limit Deteksi Dan Kuantitasi.....	38
4.2 Penentuan Kadar Merkuri Dalam Sampel.....	40
BAB V PENUTUP.....	42
5.1 Kesimpulan.....	42
5.2 Saran.....	42
DAFTAR PUSTAKA.....	43
LAMPIRAN.....	46

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1	Data Pembacaan Deret Standar	34
Tabel 4.2	Hasil penentuan akurasi	35
Tabel 4.3	Hasil Uji Penentuan Perolehan Kembali.....	36
Tabel 4.4	Hasil Uji Presisi Pada Sampel.....	37
Tabel 4.5	Uji Presisi Pada Sampel CRM	37
Tabel 4.6	Tingkat Ketelitian dari Nilai Simpangan Baku Relatif (RSD)	38
Tabel 4.7	Hasil Uji limit Deteksi Dan Limit Kuantitasi	39
Tabel 4.8	Hasil Uji Limit Deteksi Metode.....	40
Tabel 4.9	Hasil Konsentrasi Logam Merkuri Dalam Sampel.....	41



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Morfologi Rajungan (<i>Portunus pelagicus</i>)	20
Gambar 2.2 Skema alat GF-AAS	23
Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Standar	34



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Penentuan Linieritas	47
Lampiran 2. Penentuan Akurasi	48
Lampiran 3. Penentuan Presisi	50
Lampiran 4. Penentuan Limit Deteksi dan Kuantitasi	52
Lampiran 5. Penentuan Limit Deteksi Metode	53
Lampiran 6. Perhitungan Pembuatan Standar Merkuri	54
Lampiran 7. Gambar Instrumen GF AAS dan <i>microwave Digester</i>	55



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Banyaknya sumber logam berat di alam dapat menyebabkan pencemaran logam berat di perairan yang dapat berpengaruh pada rantai makanan hingga biota yang ada di perairan tersebut (Notohadiprawiro, 2006). Biota perairan yang mempunyai peranan paling tinggi dalam penyerapan logam berat pada perairan ialah jenis krustasea seperti kepiting. Kepiting sering dijadikan bioindikator perairan karena mampu mengakumulasi logam berat yang cukup tinggi dibandingkan dengan biota lain (Bambang dkk, 1995).

Kandungan logam berat yang kecil pada suatu bahan sukar diketahui atau ditentukan keberadaannya menggunakan pereaksi – pereaksi kimia, tetapi dapat diketahui keberadaannya dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom (Gunanjar, 1985). Dua jenis analisis serapan atom yang dikembangkan saat ini adalah spektrofotometer serapan atom menggunakan nyala (*Flame Atomic Absorption Spektrophotometer/ FAAS*) dan spektrofotometer serapan atom menggunakan pembakar grafit (*Graphit Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer/ GFAAS*) (Beaty & Kerber, 1993).

Analisis kandungan logam berat merkuri pada suatu bahan dapat dilakukan dengan berbagai metode seperti CU – AFS (*Cold Rapound Atomic Fluoruscence*) (Cahyani, dkk.2016), *Cold Vapor Atomic Absorption Spektrophotometer (CV-AAS)* (Kitong, dkk.2012), Spektrofotometri Serapan Atom tanpa nyala (Budiarti, dkk. 2010), *SSA-Vapour Generation* (Damastuti, dkk. 2007).

Penggunaan metode analisis logam berat merkuri ini dilakukan dengan menggunakan *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GFAAS)*. Pengujian ini mengacu pada SNI 2354.6:2016. Metode ini digunakan karena metode ini memiliki sensitivitas 20-1000 kali lebih baik dari *Flame Atomic Absorption Spektrophotometer FAAS* (Beaty & Kerber, 1993). Penggunaan metode ini dipilih karena dapat mendeteksi cemaran logam berat khususnya merkuri yang jumlahnya sedikit pada sampel-sampel produk perikanan.

Metode uji menggunakan GFAAS ini merupakan salah satu metode yang rutin digunakan di laboratorium BPMHP Semarang sehingga harus dilakukan proses verifikasi metode sebelum digunakan. Verifikasi metode ini bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode uji tersebut dengan hasil pengujian yang valid. Verifikasi metode uji dapat juga digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja, karena setiap laboratorium memiliki kondisi, kompetensi serta kemampuan peralatan yang berbeda (Utami, 2017).

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada Laporan Tugas Akhir ini adalah:

1. Bagaimanakah keberterimaan metode berdasarkan verifikasi yang meliputi linieritas, akurasi, presisi, Limit deteksi, dan limit kuantitasi?
2. Berapakah kadar logam berat merkuri pada produk rajungan kaleng yang dianalisis menggunakan GF AAS?

1.3 Tujuan

Adapun tujuan dari verifikasi metode uji penentuan logam berat merkuri yaitu:

1. Mengetahui keberterimaan metode berdasarkan verifikasi yang meliputi linieritas, akurasi, presisi, Limit deteksi, dan limit kuantitasi?
2. Mengetahui kadar logam berat merkuri pada produk rajungan kaleng yang dianalisis menggunakan GF AAS?

1.4 Manfaat

Manfaat dari verifikasi metode pengujian kadar logam berat merkuri secara spektrofotometri serapan atom *Graphite Furnace* yaitu :

1. Bagi Mahasiswa
Sebagai pengetahuan dan ilmu tambahan mengenai penerapan verifikasi metode uji dilaboratorium. Megetahui bagaimana cara melakukan verifikasi metode uji.
2. Bagi Instansi
Instansi mempunyai data kinerja verifikasi dari metode yang digunakan dilaboratorium.

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Profil Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan Semarang

Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan (BPMHP) Semarang merupakan UPT Dinas Kelautan dan Perikanan Provinsi Jawa Tengah yang mempunyai tugas dan fungsi pokok di bidang pelaksanaan pengujian mutu hasil perikanan serta pengawasan pengolahan hasil perikanan. BPPMHP Semarang berdiri sebagai unit pelaksana teknis berdasarkan Surat Keputusan Gubernur Kepala Daerah Provinsi Jawa Tengah No. Hukum G. 102/1973 tanggal 19 Mei 1973 dengan nama awal Lembaga Teknologi Perikanan. Berdasarkan Surat Keputusan Direktur Jendral Perikanan tanggal 26 Januari 1977 No. H.II/2/6/77 tentang Pedoman dan Pengelolaan Laboratorium Pembinaan dan Pengujian Mutu Hasil Perikanan, maka pemerintah Provinsi Jawa Tengah meninjau kembali dan menindak lanjuti dengan Surat Keputusan Gubernur Kepala Daerah Tingkat I Jawa Tengah No. HK. 43/1977 tanggal 15 Juni 1977. Surat Keputusan Gubernur Kepala Daerah Tingkat I Jawa Tengah No. HK.43/1977 tanggal 15 Juni 1977, membentuk Unit Laboratorium Pembinaan dan Pengujian Mutu Hasil Perikanan (Semarang, Pekalongan dan Cilacap). Peraturan Gubernur Nomor 38 Tahun 2008, tanggal 20 Juni 2008 tentang pembentukan Unit Pelaksana Teknis Daerah Balai Pengujian dan Penerapan Mutu Hasil Perikanan (BPPMHP) Semarang dengan Kepala Laboratorium adalah pejabat eselon IIIa, Kepala Sub Bagian Tata Usaha, Kepala Seksi Pengawasan Mutu dan Kepala Seksi Pengujian adalah pejabat eselon IVa.

Pada tahun 2016, LPPMHP (Laboratorium Pengujian dan Pengawasan Mutu Hasil Perikanan) Semarang mengalami perubahan nomenklatur menjadi Balai Pengujian dan Penerapan Mutu Hasil Perikanan (BPPMHP) Semarang sesuai Peraturan Gubernur No. 105 Tahun 2016 tentang Organisasi dan Tata Kerja Unit Pelaksanaan Teknis Dinas Kelautan dan Perikanan Jawa Tengah. Selanjutnya pada tahun 2018, terbit Peraturan Gubernur No. 47 tentang Organisasi dan Tata Kinerja Unit Pelaksana Teknis Daerah pada Dinas Kelautan dan Perikanan

Provinsi Jawa Tengah sehingga terjadi perubahan nomenklatur menjadi Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan (BPMHP) Semarang.

Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan (BPMHP) Semarang ini memiliki visi “Mewujudkan jaminan mutu dan keamanan hasil perikanan Jawa Tengah dengan tuntutan pasar global”. Balai Pengujian Mutu Hasil Perikanan (BPMHP) Semarang ini memiliki misi dengan meningkatkan pelayanan pengujian hasil perikanan terhadap pengguna jasa, menjamin hasil pengujian yang cepat, tepat dan akurat serta mendorong berkembangnya usaha Unit Pengolah Ikan (UPI) untuk menghasilkan produk yang aman, bermutu, *higienis*, ramah lingkungan dan efisien.

Berdasarkan Peraturan Gubernur No. 47 tahun 2018, BPMHP Semarang merupakan unsur pelaksana tugas teknis operasional dan/atau kegiatan teknis penunjang tertentu di bidang pengujian dan penerapan mutu hasil perikanan. BPMHP Semarang dipimpin oleh Kepala Balai yang berkedudukan dibawah dan bertanggung jawab kepada Kepala Dinas. BPMHP Semarang sebagaimana dimaksud dalam Pasal 2 huruf e mempunyai tugas melaksanakan tugas teknis operasional dan/atau kegiatan teknis penunjang tertentu Dinas di bidang pengujian dan penerapan mutu hasil perikanan. BPMHP Semarang menyelenggarakan fungsi sebagai berikut :

- a. Penyusunan rencana teknis operasional di bidang pengujian dan penerapan mutu hasil perikanan;
- b. Koordinasi dan pelaksanaan kebijakan teknis operasional di bidang pengujian dan penerapan mutu hasil perikanan;
- c. Evaluasi dan pelaporan di bidang pengujian dan penerapan mutu hasil perikanan;
- d. Pengelolaan ketatausahaan dan;
- e. Pelaksanaan tugas lain yang diberikan oleh Kepala Dinas sesuai tugas dan fungsinya.

2.2 Rajungan (*Portunus Pelagicus*)

Rajungan (*Portunus pelagicus*) merupakan salah satu komoditas perikanan yang banyak diminati dipasaran bahkan di pasar internasional (Sugeng dkk,

2003). Rajungan sendiri banyak dimanfaatkan baik untuk pengalengan maupun dikonsumsi langsung (BPPMHP, 1995). Rajungan sendiri memiliki perbedaan dengan kepiting bakau (*scylla sp.*). Rajungan memiliki ciri yaitu memiliki karapas yang relatif lebih panjang serta memiliki duri cangkang yang lebih panjang jika dibandingkan dengan kepiting bakau (Hafiluddin, 2003). Menurut Suwignyo Mizards (2009), Klasifikasi lengkap dari Rajungan (*Portunus pelagicus*) adalah sebagai berikut:

Kingdom	: Animalia
Filum	: Anthropoda
Kelas	: Crustacea
Sub Kelas	: Malacostraca
Ordo	: Decapoda
Family	: Portunidae
Genus	: Portunus
Spesies	: Portunus Pelagicus

Rajungan sendiri memiliki 5 pasang kaki untuk berjalan, kerapas pertama adalah paling besar yang disebut capit, yang digunakan untuk memegang dan memasukan makanan kedalam mulutnya. Sepasang kaki yang terakhir digunakan sebagai alat renang. Oleh karenanya, rajungan juga digolongkan sebagai kepiting berenang (*Swimming crab*). Kerapas rajungan berbentuk bulat pipih yang berwarna menarik, dengan sebelah kanan dan kirinya terdapat duri besar (Suwignyo, 1989). Morfologi rajungan dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Morfologi Rajungan (*Portunus pelagicus*)
(sumber : Juwana dkk, 2000)

Menurut Nontji (1993) Rajungan dapat hidup diberbagai macam habitat, seperti pada pantai dengan dasar pasir, pasir lumpur, dan juga dilaut terbuka. Rajungan juga bisa hidup pada dasar perairan hingga kedalaman 65 meter.

Persyaratan mutu serta keamanan daging rajungan *pasteurisasi* dalam kaleng menurut SNI 6929:2016 khususnya untuk cemaran logam berat merkuri (Hg) adalah maksimum 0,5 mg/Kg (BSN, 2016).

2.3 Merkuri

Logam merkuri atau yang sering disebut air raksa memiliki nama kimia *Hydrargyrum* yang berarti perak cair. Logam merkuri dilambangkan dengan Hg, mempunyai bobot atom (BA) 200,59 g/mol, serta pada sistem periodik ditemukan pada urutan (NA) 80. Titik didih Merkuri adalah 365,68 °C. Merkuri mulai dikenal manusia sejak manusia mengenal peradapan. Logam Merkuri dihasilkan dari bijih sinabar HgS yang didalamnya terkandung unsur merkuri antara 0,1-4%. Reaksinya seperti berikut :



Menurut Fitriyah (2007) merkuri sendiri dilepaskan dalam bentuk uap yang kemudian akan mengalami kondensasi, sedangkan gas-gas yang lain akan terlepas di atmosfer atau dikumpulkan. Merkuri dialam dapat ditemukan dalam beberapa bentuk, yaitu:

1. Merkuri anorganik, termasuk dalam hal ini Logam Merkuri (Hg^+) serta garam-garamnya seperti merkuri klorida (HgCl_2) dan merkuri oksida (HgO).
2. Merkuri organik atau organomerkuri yang terdiri dari alkil merkuri yang mengandung hidrokarbon aromatik, alkil merkuri yang mengandung hidrokarbon alifatik yang bersifat paling beracun seperti metil merkuri, etil merkuri. Contoh merkuri organik yang terakhir adalah alkoksialkali merkuri (R-O-Hg) (Kristanto,2002).

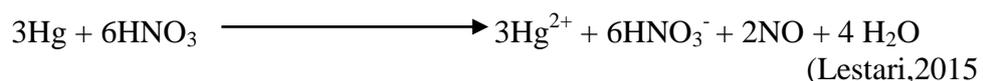
Merkuri yang terdapat dalam limbah atau *waste* diperairan akan diubah oleh mikroorganisme menjadi komponen *metyl* merkuri ($\text{CH}_3\text{-Hg}$) yang bersifat beracun dan memiliki daya ikat yang kuat serta memiliki kelarutan yang tinggi terutama pada tubuh hewan air. Hal tersebut menyebabkan merkuri mudah sekali terakumulasi melalui rantai makanan dalam jaringan tubuh hewan air, sehingga merkuri dapat mencapai level berbahaya baik untuk kesehatan hewan itu sendiri maupun manusia yang mengonsumsi hewan air tersebut (Fitriyah, 2007).

Merkuri merupakan logam berat yang dapat menyebabkan gangguan kesehatan, antara lain gangguan sistem syaraf, kerusakan fungsi otak, kerusakan DNA dan kromosom, alergi, kelelahan serta sakit kepala. Merkuri sendiri memiliki efek negatif reproduksi yang antara lain kerusakan sperma, kecacatan pada bayi, serta keguguran (Agustina, 2014).

2.4 Analisis Merkuri (Hg)

Teknis analisis merkuri pada era sekarang telah banyak digunakan dan dilaporkan oleh banyak orang. Metode analisis yang telah digunakan antara lain CU – AFS (*Cold Rapound Atomic Fluoruscence*) (Cahyani, dkk.2016), *Cold Vapor Atomic Absorption Spektrophotometer* (CV-AAS) (Kitong, dkk.2012), Spektrofotometri Serapan Atom tanpa nyala (Budiarti, dkk. 2010), SSA-*Vapour Generation* (Damastuti, dkk. 2007), ICP-MS (*Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry*), ICP-AES (*Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry*), GC-AAS (*Gas Chromatography Atomic Absorption Spectrometry*), AFS (*Atomic Fluorescence Spectrometry*), dan ASV (*Anodic Stripping Voltammetry*) (Kristianingrum,2009).

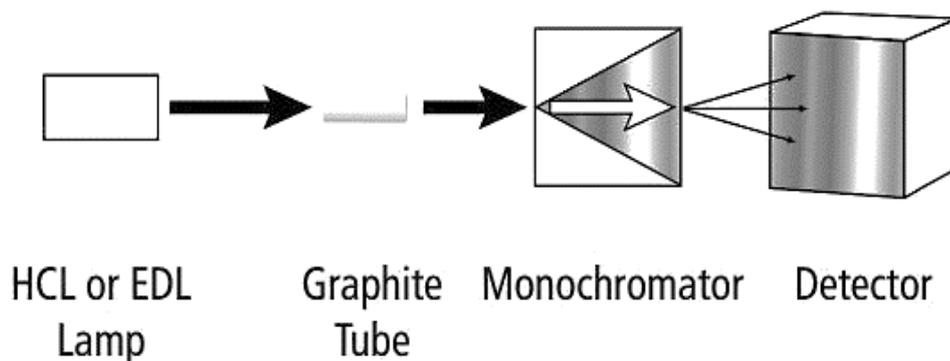
Prinsip analisis penentuan Kadar merkuri dalam sampel rajungan ini dilakukan menggunakan *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer* (GFAAS), unsur merkuri yang ada pada sampel akan dilepaskan dari matriks contoh melalui tahap destruksi *microwave* menggunakan pereaksi asam nitrat untuk mendapatkan unsur merkuri yang bermuatan positif (Hg^+ atau Hg^{++}). Contoh hasil destruksi tersebut nantinya akan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometri serapan atom *graphite furnace* (GF-AAS), pada panjang gelombang 253,7 nm (SNI 2354. 6: 2016). Proses Reaksi destruksi yang terjadi sebagai berikut :



2.5 Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GF AAS)

Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GF AAS) merupakan salah satu jenis spektrofotometer yang memakai tabung *graphite tube* untuk menguapkan sampel. Metode GF-AAS ini sering digunakan untuk penentuan unsur dengan tingkat *ultra-trace* ($\mu\text{g/L}$). Teknik analisisnya didasarkan pada penyerapan cahaya oleh atom bebas pada panjang gelombang tertentu. Jumlah penyerapan cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi analit pada sampel. Sampel pada alat ini ditempatkan pada tabung graphite yang nantinya akan dipanaskan pada beberapa tahap untuk menguapkan pelarut dan mengatomkan komponen utama dari sampel. Semua analit diatomisasi dan akan tertinggal pada tabung grafit (dan lintasan cahaya yang melewati tabung) untuk jangka waktu yang lama. Sehingga, alat ini memiliki sensitivitas dan limit deteksi lebih tinggi jika dibandingkan dengan *flame* AAS. GF-AAS ini memungkinkan penentuan kadar lebih dari 40 unsur dalam mikroliter sampel pada limit deteksi 10 sampai 1000 kali lebih baik dari *flame* AAS) (Perkin-Elmer, 2008). Namun, alat ini memiliki kelemahan yaitu tingginya gangguan saat analisis, penyiapan sampel yang lama, serta waktu analisis yang relatif lebih lama (Beaty & Kerber, 1993).

Instrumentasi dari alat *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer* (GF-AAS) terdiri dari beberapa rangkaian yang digambarkan sebagai berikut :



Gambar 2.2 Skema alat GF-AAS (Perkin-Elmer, 2008)

Keterangan dari Gambar 2.2 tentang komponen dari alat *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometer* (GF AAS) adalah Sebagai berikut:

1. Sumber Sinar

Sumber radiasi Spektrofotometer Serapan Atom adalah *Hallow Cathoda Lamp* (HCL). Setiap Pengukuran menggunakan SSA harus menggunakan unsur HCL khusus, yang disesuaikan dengan unsur yang akan dianalisis (Lestari, 2015). *Hallow Cathoda Lamp* (HCL) terdiri dari katoda cekung yang berbentuk silindris yang terbuat dari unsur yang sama dengan yang akan dianalisis dan anoda yang terbuat dari tungsten. Pemberian tegangan dengan arus tertentu akan membuat logam mulai memijar dan atom-atom logam katodanya akan teruapkan dengan pemercikan. Atom tersebut akan tereksitasi dan kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu (Khopkhar, 1990).

2. Pembakar grafit atau Sistem Atomisasi

Sistem Atomisasi dibagi menjadi dua jenis, yaitu dengan sistem nyala dan sistem tanpa nyala. Sistem tanpa nyala dapat ditemukan pada GFAAS yang menggunakan grafit berbentuk silinder, yang tingkat sensitivitasnya 10 sampai 200 kali dibandingkan dengan atomisasi menggunakan nyala api. Proses atomisasi pada GFAAS dilakukan dengan memasukkan sampel pada grafit kemudian akan terjadi pemanasan, proses pemanasan untuk atomisasi terbagi menjadi 3 tahap. Tahap pertama merupakan tahap pengeringan sampai sekitar 100°C, pada tahap ini air menguap dengan sempurna. Tahap kedua pengabuan (*ashing stage*) dimana *graphite* dipanaskan pada 400 °C sampai 1000 °C, sehingga zat organik terurai dan menguap. Tahap ketiga, tahap atomisasi atom, pemanasan ini dilakukan pada 1400 sampai 3000°C, sehingga logam yang tertinggal pada silinder teratomisasi (Beaty & Kerber, 1993).

3. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang pada Analisis. Didalam Monokromator selain memiliki sistem optik, juga mempunyai *chopper* yang berfungsi memisahkan radiasi resonansi dan kontinyu (Gandjar dan Rohman, 2007).

4. Detektor

Detektor berfungsi untuk mengukur intensitas cahaya melalui tempat pengatoman, detektor yang umum digunakan adalah berupa tabung penggandaan foton (*photomultiplier tube*) (Gandjar dan Rohman, 2007).

2.6 Verifikasi Metode

Verifikasi merupakan uji kinerja terhadap suatu metode standar. Metode standar adalah metode yang dikembangkan dan diterapkan oleh suatu organisasi atau badan standarisasi nasional di suatu negara. Verifikasi metode ini dilakukan sebelum metode standar diterapkan dilaboratorium. Verifikasi metode ini bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode uji tersebut dengan hasil pengujian yang valid. Verifikasi metode uji dapat juga digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja, karena setiap laboratorium memiliki kondisi dan kompetensi serta kemampuan peralatan yang berbeda (Utami, 2017).

Menurut Kusnoputranto (1986) verifikasi metode uji ini dilakukan pada metode uji yang telah diverifikasi pada saat mulai digunakan sampai akhir pada jarak waktu tertentu secara berkala. Verifikasi metode ini juga dapat berfungsi untuk memastikan bahwa metode uji yang digunakan tersebut baik serta menjamin mutu dari hasil uji. Parameter dari Verifikasi penentuan merkuri dalam sampel rajungan kaleng yaitu linieritas, ketelitian (presisi), ketepatan (akurasi), limit deteksi serta limit kuatitasi.

2.6.1 Linieritas

Kusnoputranto (1986) menyatakan bahwa linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisa, untuk menunjukkan hubungan yang secara langsung atau proposional antara respondari detector dengan perubahan konsentrasi analit. Linieritas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi sekitar arah regresi yang dihitung dengan berdasarkan persamaan matematik data hasil uji analit dalam sampel dengan konsentrasi analit. Perlakuan matematik yang dimaksud adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil terhadap konsentrasi analit (Harmita, 2004).

Linieritas ditentukan dengan mengukur koefisien korelasi (r). Koefisien Korelasi ini menggambarkan kemampuan dari suatu metode untuk menghasilkan angka analisis yang proposional terkonsentrasi analit yang ada pada contoh pada interval konsentrasi tertentu (Kusnoputranto, 1986). Koefisien korelasi uji linieritas dapat dinyatakan dengan koefisien determinasi korelasi (R^2). Koefisien determinasi korelasi ini merupakan keragaman atau variansi total nilai dari perubahan absorbansi yang dapat ditunjukkan oleh nilai perubahan konsentrasi hubungan yang linier (Walope, 1995).

Kriteria keberterimaan nilai koefisien determinasi adalah $R^2 \geq 0,997$ (Chan dkk., 2004). Kriteria tersebut tidak cukup untuk membuktikan bahwa hubungan linier ada, dan metode dengan koefisien determinasi yang kurang dari 0,99 mungkin masih cocok untuk tujuan. Parameter uji ini tidak berlaku untuk metode kualitatif kecuali terdapat ambang batas konsentrasi untuk pelaporan hasil (Riyanto, 2014).

2.6.2 Akurasi

Akurasi merupakan suatu ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil pengukuran dengan nilai kadar analit yang sebenarnya. Akurasi digambarkan sebagai kemampuan dari suatu metode untuk memperoleh nilai setelah dilakukan secara berulang. Semakin dekat replika analisis dengan contoh sebenarnya, maka semakin akurat metode tersebut (Khan, 1996).

Metode penentuan Akurasi dapat dilakukan dengan menggunakan CRM dan metode adisi standar. CRM digunakan karena memiliki nilai tertelusur yang mengacu pada SI yang dapat dipakai sebagai nilai acuan untuk nilai sebenarnya. Syarat CRM yang bisa digunakan adalah memiliki komposisi matriks yang mirip dengan sampel uji. Persamannya dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{rata-rata pengukuran}}{\text{nilai sebenarnya}} \times 100 \%$$

Apabila CRM tidak tersedia, maka bisa digunakan metode adisi standar, yaitu menggunakan bahan yang mirip dengan contoh uji yang diperkaya dengan kemurnian yang tinggi (*spike*), kemudian dilakukan uji % perolehan kembali (*%recovery*) (Sumardi, 2002). Menurut Riyanto (2014) perolehan kembali

merupakan angka yang menunjukkan besarnya penambahan standar yang mampu diidentifikasi kembali dengan suatu metode. Penentuan perolehan kembali ini dapat dilakukakn dengan menambahkan standar ke dalam sampel atau sering disebut dengan *spike*. Penentuan perolehan kembali dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\%Recovery = \frac{konsentrasi\ sampel+spike - konsentrasi\ sampel}{konsentrasi\ spike} \times 100\%$$

2.6.3 Presisi

Riyanto (2014) mayatakan bahwa presisi adalah kedekatan hasil analisis yang diperoleh dari serangkaian pengukuran ulangan dari suatu ukuran yang sama. Presisi sendiri biasanya ditentukan dalam bentuk koefisien korelasi variansi atau yang sering disebut deviasi standar relativ dari hasil pengukuran yang diperoleh. Presisi sendiri dapat dikatagorikan menjadi dua kategori, yaitu keterulangan (*repeatability*) serta ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan digambarkan sebagai nilai presisi hasil pengukuran ketika seluruh pengukuran dilakukan oleh satu orang analis, menggunakan pereaksi, peralatan, serta laboratarium yang sama dalam satu periode. Ketertiruan merupakan hasil presisi hasil uji ketika pengukuran dilakukan dalam kondisis yang berbeda, dalam hal ini termasuk pada analis yang berbeda, atau periode dan laboratarium yang berbeda dengan analis yang sama.

Presisi dinyatakan dalam % RSD (presentase *Relative Standar Deviation*) dari sutu pengukuran, yang dituliskan dalam persamaan (Sumardi, 2002):

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

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

2.4.1. Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi

Menurut Kantasubrata (2008) Limit deteksi atau *Limit of detection* (LOD) digambarkan sebagai konsentrasi terendah dari suatu analit yang ada dalam contoh yang masih dapat terdeteksi, akan tetapi tidak perlu terkuantitasi. Sedangkan, Limit kuatitasi atau *Limit of quatitation* (LOQ) adalah konsentrasi suatu analit yang ada didalam contoh yang dapat ditentukan dengan tingkat

akurasi dan presisi yang dapat diterima, dibawah kondisi pengujian yang telah disepakati.

Limit deteksi terbagi menjadi 2 macam, yaitu limit deteksi metode dan limit deteksi instrumen. Limit deteksi instrumen adalah konsentrasi analit terendah yang dapat dideteksi oleh instrumen dan secara statistik berbeda dengan respon yang didapat dengan respon dari sinyal latar belakang. Sedangkan, limit deteksi metode adalah konsentrasi analit terendah yang dapat ditetapkan oleh suatu metode dengan mengaplikasikan secara lengkap metode tersebut (Kementrian Lingkungan Hidup, 2010).

Penentuan Limit deteksi dan limit kuantitasi ini dapat ditentukan dengan melakukan pengukuran respon pada blanko beberapa kali, jumlah pengukuran ini minimal 7 kali pengukuran, yang selanjutnya ditentukan simpangan baku dari pengukuran. Penentuan Limit deteksi Instrumen dan limit kuantitasi dituliskan dengan persamaan (Yulia, 2010) :

$$LOD = \bar{x} + 3SD$$

$$LOQ = \bar{x} + 10SD$$

Dengan :

\bar{x} : Rata-rata hasil analisis Blanko

SD : Standar Deviasi (simpangan baku) hasil analisis blanko

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada pengujian ini adalah tabung sampel/*vessel*, spatula, timbangan analitik (*ohaus*), corong gelas, *microwave digester (mars)*, pipet ukur 5 mL, 10 mL, 50 mL (*iwaki*), Labu Ukur 50 mL, 100 mL, 1000 mL (*iwaki*), pipet tetes, tabung *sentrifugasi*, gelas beker 100 mL, 250 mL (*iwaki*), pro pipet, wadah sampel/*vial*, *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GFAAS)* (*varian*).

3.1.2 Bahan

Bahan- Bahan yang digunakan adalah sampel rajungan kaleng, label, aquades, aquabides, asam Nitrat (HNO_3) *p.a* 65% (Merck), Asam sulfat (H_2SO_4) (J.T.Baker), Larutan standar merkuri 1000 mg/L (Merck), larutan potasium modifier (Merck), sampel CRM, larutan asam Nitrat (HNO_3) 0,1 M.

3.2 Skema Kerja

Prosedur kerja mengacu pada SNI 2354.6:2016 Cara Uji Kimia :Bagian 6: Penentuan Kadar Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Produk Perikanan.

3.2.1 Pembuatan Larutan Pengencer Contoh HNO_3 - H_2SO_4

Asam nitrat (HNO_3) dipipet sebanyak 58 mL. Selanjutnya larutan dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL yang telah berisi sedikit aquades. Kemudian ditambahkan asam sulfat (H_2SO_4) sebanyak 67 mL kedalam labu ukur dan ditepatkan volumenya hingga tanda batas menggunakan aquades. Larutan kemudian diseke dan dihomogenkan.

3.2.2 Pembuatan Larutan Pengencer standar HNO_3 - H_2SO_4 (1+1) 20% (v/v)

Asam nitrat (HNO_3) dipipet sebanyak 100 mL. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL yang telah berisi sedikit aquades. Kemudian ditambahkan asam sulfat (H_2SO_4) sebanyak 100 mL dan ditepatkan volumenya hingga tanda batas menggunakan aquades. Larutan kemudian diseke dan dihomogenkan

3.2.3 Pembuatan larutan Asam nitrat (HNO₃) 0,1 M

Asam nitrat (HNO₃) dipipet sebanyak 7 mL, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 1000 mL. Selanjutnya ditepatkan volumenya dengan menggunakan akuades, kemudian dihomogenkan.

3.2.4 Pembuatan Larutan Phosphate Modifier

Larutan induk *Phosphate Modifier* dipipet sebanyak 2,5 mL. Kemudian larutan dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL. Selanjutnya ditambah dengan aquabides hingga tanda batas. Labu ukur kemudian diseka dan dihomogenkan.

3.2.5 Pembuatan Larutan Standar Merkuri

a. Pembuatan larutan standar merkuri pertama : 10 mg/L

Larutan standar merkuri 1000 mg/L dipipet sebanyak 1 mL, Larutan kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan larutan pengencer standar HNO₃ - H₂SO₄ (1+1) hingga tanda batas. Labu ukur kemudian diseka dan dihomogenkan.

b. Pembuatan larutan standar merkuri kedua : 1 mg/L

Larutan standar merkuri 10 mg/L dipipet sebanyak 5 mL, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan larutan pengencer standar HNO₃ - H₂SO₄ (1+1) hingga tanda batas. Labu ukur kemudian diseka dan dihomogenkan.

c. Pembuatan larutan standar merkuri 0,05 mg/L (50 ppb)

Larutan standar merkuri 0,05 mg/L dipipet sebanyak 2 mL, Larutan kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan larutan pengencer standar HNO₃ hingga tanda batas. Labu ukur kemudian diseka dan dihomogenkan.

3.2.6 Pengukuran Merkuri Pada Sampel Rajungan

Sampel rajungan ditimbang sebanyak 2 gram dengan menggunakan tabung sampel yang telah dibilas dengan HNO₃ 0,1 M, Sampel selanjutnya ditambahkan HNO₃ 65 % sebanyak 5 mL. Selanjutnya tabung sampel tersebut dimasukkan kedalam *microwave digester*. Proses destruksi sampel ini dilakukan selama 45 menit pada suhu 200 °C. Sampel yang telah didestruksi kemudian didiamkan selama 15 menit, setelah itu sampel hasil destruksi dipindahkan

kedalam tabung sentrifugasi berukuran 50 mL, kemudian ditambahkan larutan pengencer HNO₃ - H₂SO₄ sampai tanda batas. Sampel kemudian dibaca dengan menggunakan *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GFAAS)* pada panjang gelombang 253,7 nm.

3.2.7 Penentuan Linieritas

Penentuan linieritas ditentukan dengan melakukan pengukuran deret standar. Larutan standar yang digunakan adalah larutan standar merkuri 0,05 mg/L atau 50 ppb. Larutan standar tersebut dipipet sebanyak 5 mL dan dimasukkan kedalam vial pada alat AAS. Selanjutnya larutan standar tersebut dibuat deret standar dengan konsentrasi 10; 20; 30; 40; 50 µg/L. Larutan dibaca pada panjang gelombang 253,7 nm. Linieritas ditentukan berdasarkan hubungan antara konsentrasi larutan standar pada sumbu x terhadap Absorbansi pada sumbu y, sehingga didapat persamaan $y = a + bx$ dan koefisien determinasi (R^2).

3.2.8 Uji Presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan melakukan pengukuran pada sampel menggunakan *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GFAAS)* pada panjang gelombang 253,7 nm sebanyak 7 kali pengulangan. Sehingga didapat hasil persen simpangan baku relatif atau %RSD. Besarnya %RSD dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Keterangan :

SD : Standar Deviasi

\bar{x} : Rata-rata konsentrasi sampel yang terukur (µg/L)

3.2.9 Uji Akurasi

Penentuan Akurasi dilakukan dengan menggunakan dua cara. Cara yang pertama dengan menggunakan penambahan standar kedalam larutan dan yang kedua dengan menggunakan sampel CRM. Penentuan Akurasi dengan cara *spike* dilakukan dengan cara menambahkan larutan standar Hg 1 mg/L sebanyak 0,5 mL kedalam sampel kemudian ditambahkan 5 mL HNO₃ 65 %, kemudian dilakukan destruksi dengan menggunakan *microwave* selama 45 menit pada suhu 200 °C. Sampel yang telah di destruksi kemudian didiamkan selama 15 menit,

setelah itu sampel hasil destruksi diencerkan dengan menambahkan larutan pengencer $\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{SO}_4$ sampai tanda batas 50 mL. Kemudian sampel dibaca dengan menggunakan *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GFAAS)* pada panjang gelombang 253,7 nm. Cara kedua dilakukan dengan cara menimbang sampel CRM sebanyak 0,5 g, kemudian ditambahkan 1,5 mL aquades, kemudian dilakukan perlakuan yang sama dengan cara pertama (cara *spike*).

3.2.10 Uji Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi

Penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi dilakukan dengan mengukur respon dari blanko sebanyak 7 kali pengulangan. Batas deteksi dan batas kuantitasi dihitung secara sistematis menggunakan persamaan :

$$\text{LOD} = \bar{x} + 3SD$$

$$\text{LOQ} = \bar{x} + 10SD$$



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Verifikasi Metode

Verifikasi metode ini dilakukan dengan tujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode uji tersebut dengan hasil pengujian yang valid. Verifikasi metode uji dapat juga digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja, karena setiap laboratorium memiliki kondisi dan kompetensi serta kemampuan peralatan yang berbeda (Utami, 2017). Parameter uji verifikasi ini adalah linieritas, akurasi, presisi, batas deteksi dan batas kuantitasi.

Prinsip analisis penentuan Kadar merkuri dalam sampel rajungan ini dilakukan menggunakan *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GFAAS)*, unsur merkuri yang ada pada sampel akan dilepaskan dari matriks contoh melalui tahap destruksi *microwave* menggunakan pereaksi asam nitrat untuk mendapatkan unsur merkuri yang bermuatan positif (Hg^+ atau Hg^{++}). Contoh hasil destruksi tersebut nantinya akan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer serapan atom *graphite Furnace* pada panjang gelombang 253,7 nm (SNI 2354. 6: 2016).

4.1.1 Linieritas

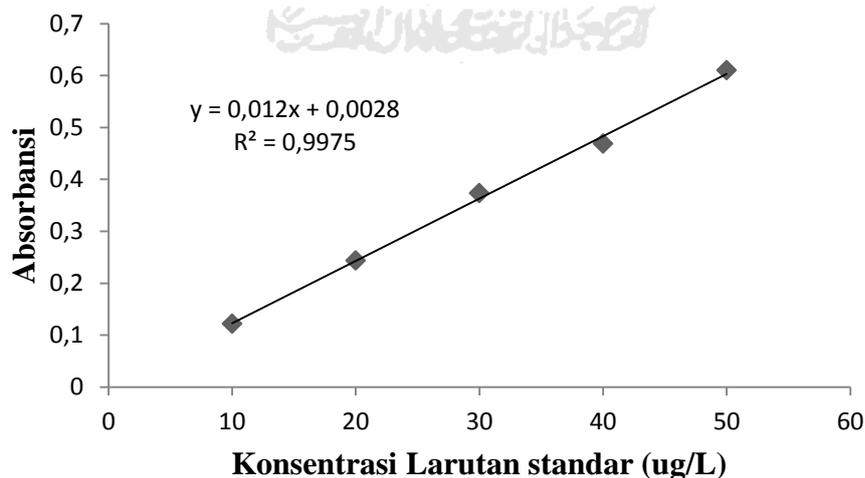
Linieritas merupakan suatu metode uji yang digunakan untuk membuktikan adanya hubungan yang linier antara konsentrasi dari analit dengan respon dari alat atau instrumen. Uji yang paling mudah digunakan adalah dengan cara memvisualisasikan antara data kalibrasi standar dalam bentuk grafik serta menghubungkan garis linier antara data yang ada. Berdasarkan grafik tersebut dapat dihasilkan persamaan garis linier yang menghubungkan antara konsentrasi analit dengan konsentrasi standar dengan respon detektor yang kemudian dinyatakan dalam bentuk koefisien korelasi (r). Penentuan linieritas sebaiknya menggunakan maksimum lima konsentrasi yang berbeda (Riyanto, 2014).

Penentuan linieritas yang dilakukan dengan mengukur serapan dari larutan deret standar dengan konsentrasi yang berbeda. Konsentrasi deret yang digunakan adalah 10; 20; 30; 40; 50 $\mu\text{g/L}$. Hasil pengukurannya dapat dilihat pada Tabel 4.1

Tabel 4.1 Data Pembacaan Deret Standar

Larutan Standar	Konsentrasi ($\mu\text{g/L}$)	Absorbansi
1	10	0,1214
2	20	0,2433
3	30	0,3731
4	40	0,4683
5	50	0,6095

Berdasarkan gambar yang dapat dilihat pada Gambar 4.1 dapat diketahui persamaan regresi linear yang didapat adalah $y = 0,012x + 0,0028$, dengan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9975. Kriteria keberterimaan nilai koefisien determinasi adalah $R^2 \geq 0,997$ (Chan dkk.,2004). Nilai yang didapat tersebut telah memenuhi syarat yang telah ditentukan, sehingga dapat dikatakan bahwa deret konsentrasi 10 sampai 50 $\mu\text{g/L}$ menunjukkan hasil yang baik berdasarkan konsentrasi dengan absorbansi yang terbaca. Setiap titik pada grafik (Gambar 4.1) berada mendekati garis lurus, sehingga dapat dikatakan bahwa larutan standar menunjukkan hubungan yang linier.



Gambar 4.1 Kurva Kalibrasi Standar

4.1.2 Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil uji dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi digambarkan sebagai

kemampuan dari metode analisa untuk memperoleh nilai benar setelah dilakukan pengukuran secara berulang. Semakin dekat replika analisis terhadap contoh yang sebenarnya, maka semakin akurat metode tersebut (Khan, 1996)

Penentuan Akurasi dilakukan dengan menggunakan sampel CRM. Larutan sampel CRM kemudian diukur serapannya pada *Graphit Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer* (GFAAS) GFAAS untuk mengetahui kandungan logam berat merkuri yang ada pada sampel. Hasil Akurasi dapat dilihat pada Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil penentuan akurasi

No	Konsentrasi Hg pada CRM (mg/Kg)	Nilai benar pada sertifikat (mg/Kg)	% Akurasi
1	0,39905		
2	0,39501		
3	0,38562		
4	0,39818	0,41	96,23 %
5	0,39023		
6	0,39428		
7	0,39441		
Rata-rata	0,39453		

Berdasarkan Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa hasil akurasi yang didapat sebesar 96,23 %. Hasil ini dapat dikatakan baik dikarenakan hasil yang didapat mendekati 100%. Dari Percobaan ini didapatkan konsentrasi rata-rata merkuri dalam CRM sebesar 0,39453. Hasil Konsentrasi tersebut masuk kedalam rentang pengujian merkuri pada sertifikat yaitu 0,355 sampai 0,465 mg/Kg.

Penentuan akurasi sebagai % perolehan kembali (*recovery*) dilakukan dengan mengukur serapan sampel yang telah ditambahkan *spike* (larutan standar) dengan konsentrasi 0,5 mg/Kg kedalamnya. Hasil penentuan % *recovery* dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil Uji Penentuan Perolehan Kembali

Pengulangan	Konsentrasi sampel+ spike (mg/Kg)	Konsentrasi Spike (mg/Kg)	Konsentrasi Sampel (mg/Kg)	%Recovery
1	0,57924			96,068
2	0,58653			97,526
3	0,55456			91,132
4	0,57456	0,5	0,0989	95,132
5	0,57715			95,65
6	0,58363			96,946
7	0,57598			95,416
Rata-rata	0,57595			95,41

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat diketahui bahwa hasil % recovery yang didapat sebesar 95,41%. Hasil ini dapat dikatakan baik, karena rentang yang disyaratkan yaitu 80-110 %, jadi dapat dikatakan bahwa metode uji ini akurat (BSN, 2016).

4.1.3 Presisi

Presisi digambarkan sebagai ukuran derajat kesesuaian dari hasil analisis individual yang diukur melalui penyebaran hasil individu dari rata-rata ketika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Riyanto, 2014). Penentuan presisi kali ini dilakukan secara keterulangan. Penentuan Presisi dilakukan pada hasil pengukuran logam merkuri pada sampel. Hasil pengujian dapat dilihat pada Tabel 4.4

Tabel 4.4 Hasil Uji Presisi Pada Sampel

Pengulangan	Keterangan	Kadar (mg/Kg)
1	Sampel 1	0,08554
2	Sampel 2	0,09902
3	Sampel 3	0,10436
4	Sampel 4	0,11367
5	Sampel 5	0,10947
6	Sampel 6	0,08378
7	Sampel 7	0,09646
	Rata- Rata	0,0989
	SD	0,0113
	% RSD	11,47

Tabel 4.5 Uji Presisi Pada Sampel CRM

Pengulangan	Keterangan	Kadar (mg/Kg)
1	CRM 1	0,39905
2	CRM 2	0,39501
3	CRM 3	0,38552
4	CRM 4	0,39818
5	CRM 5	0,39023
6	CRM 6	0,39428
7	CRM 7	0,39941
	Rata- Rata	0,39453
	SD	0,0051
	RSD	1,30

Berdasarkan hasil pengukuran presisi seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.4 dan 4.5, diperoleh hasil rata - rata konsentrasi sampel sebesar 0,0989 ppm dan rata-rata konsentrasi pada sampel CRM 0,39453 ppm. Standar deviasi yang didapatkan sebesar 0,0113 untuk sampel dan 0,0051 untuk sampel CRM. Hasil standar deviasi ini dapat dikatakan baik, karena semakin kecil nilai dari standar deviasi maka semakin baik. Nilai dari standar deviasi ini kemudian

digunakan untuk menghitung nilai %RSD. Nilai %RSD yang diperoleh sebesar 11,47% pada pengujian sampel dan 1,30% untuk pengujian sampel CRM. Hasil %RSD untuk pengujian sampel ini memiliki tingkat ketelitian yang kurang baik, karena hasil %RSD yang didapat lebih dari 5%. Sedangkan, untuk pengujian sampel CRM ini memiliki tingkat ketelitian yang baik karena hasil %RSD kurang dari 2% (AOAC,2002) .

Tabel 4.6 Tingkat Ketelitian dari Nilai Simpangan Baku Relatif (RSD)

Nilai Simpangan Baku Relati (RSD)	Keterangan
$RSD < 1 \%$	Sangat Teliti
$1\% < RSD < 2\%$	Teliti
$2\% < RSD < 5\%$	Ketelitian Sedang
$RSD > 5\%$	Tidak Teliti

Nilai presisi dari hasil pengujian ini dapat didasarkan pada nilai *Relative Standar Deviation* (RSD). Hasil %RSD dari pengujian sampel rajungan dan sampel CRM semua masuk kedalam persyaratan yang direkomendasikan oleh IUPAC perihal *Relative Standar Deviation* (RSD). Persyaratan %RSD yang dapat diterima adalah maksimum 32% (BSN, 2016). Sehingga hasil pengujian ini masih dapat dikatakan presisi.

4.1.4 Limit Deteksi Dan Kuantitasi

Limit deteksi merupakan batas analit terendah yang dapat dideteksi, sedangkan limit kuantitasi adalah jumlah analit terendah didalam sampel yang dapat ditentukan dengan nilai presisi dan akurasi yang dapat diterima. Limit deteksi dan limit kuantitasi dilakukan dengan mengukur respon dari blanko sebanyak 7 kali pengulangan. Hasil penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi dapat dilihat pada Tabel 4.7.

Tabel 4.7 Hasil Uji limit Deteksi Dan Limit Kuantitasi

Pengulangan	Konsentrasi (mg/Kg)
1	0,00306
2	0,00782
3	0,00731
4	0,00639
5	0,00632
6	0,00614
7	0,00678
Rata-rata	0,00626
Sd	0,00153
Limit Deteksi Instrumen	0,01086
Limit Kuantitasi	0,02158

Berdasarkan hasil pada Tabel 4.7 menunjukkan bahwa hasil limit deteksi Instrumen yang didapat adalah sebesar 0,01086 mg/Kg dan limit kuantitasi sebesar 0,02158 mg/Kg. Berdasarkan hasil limit kuantitasi tersebut dapat diketahui bahwa instrumen yang digunakan ini mampu memberikan respon untuk analisis merkuri dengan jumlah analit terkecil yang mampu dideteksi sebesar 0,01086 mg/Kg, hal ini berarti apabila konsentrasi merkuri dalam sampel $> 0,01086$ mg/Kg masih dapat dibaca oleh alat, namun jika konsentrasinya $< 0,01086$ maka sinyal atau yang terbaca itu diduga sebagai *noise* bukan sebagai analit. Hasil limit kuantitasi yang didapat sebesar 0,02158 mg/Kg, menunjukkan bahwa alat ini apabila digunakan pada saat analisis menghasilkan hasil 0,02158 mampu memberikan respon/hasil dengan nilai akurasi dan presisi yang dapat diterima pada analisis ini.

Penentuan limit deteksi juga dilakukan pada metode, yaitu dengan mengukur serapan dari larutan standar. Hasil penentuan limit deteksi metode dapat dilihat pada Tabel 4.8.

Tabel 4.8 Hasil Uji Limit Deteksi Metode

No	Konsentrasi ($\mu\text{g/L}$)	Absorbansi	Y_i	$(y-y_i)^2$
1	10	0,1214	0,1228	0,00000196
2	20	0,2433	0,2428	0,00000025
3	30	0,3731	0,3628	0,00010609
4	40	0,4683	0,4828	0,00021025
5	50	0,6095	0,6028	4,489E-05
			Jumlah	0,0004
			Sy/x	0,0110
			LOD Metode	2,7517

Berdasarkan Tabel 4 limit deteksi metode diperoleh hasil sebesar $2,7517 \mu\text{g/L}$ atau $0,0028 \text{ mg/Kg}$. Hasil tersebut menggambarkan bahwa konsentrasi terendah yang dapat ditetapkan oleh metode ini adalah sebesar $0,0028 \text{ mg/Kg}$.

4.2 Penentuan Kadar Merkuri Dalam Sampel

Penentuan Kadar merkuri dalam sampel dilakukan dengan mengukur serapan dari sampel, sampel yang digunakan pada analisis ini adalah rajungan kaleng. Sampel Rajungan ini dilakukan proses destruksi terlebih dahulu sebelum dilakukan pembacaan pada alat AAS. Destruksi dilakukan dengan menggunakan metode *microwave digestion*. Dalam metode ini sampel ditambahkan asam kuat dalam sistem tertutup yang menyebabkan terjadinya peningkatan suhu serta tekanan. Peningkatan suhu dan tekanan setra berada pada pH rendah pada contoh uji menyebabkan peningkatan kecepatan dekomposisi termal pada sampel, yang berakibat logam pada sampel akan menjadi larut (Matuiewicz, 2003).

Pengukuran serapan sampel ini dilakukan dengan menggunakan instrumen *Graphite Furnace Atomic Absorption Spektrophotometer (GFAAS)* yang dilakukan sebanyak 7 kali pembacaan. Hasil konsentrasi logam merkuri pada sampel dapat dilihat pada Tabel 4.9.

Tabel 4.9 Hasil Konsentrasi Logam Merkuri Dalam Sampel

Pengulangan	Keterangan	Kadar (mg/Kg)
1	Sampel 1	0,08554
2	Sampel 2	0,09902
3	Sampel 3	0,10436
4	Sampel 4	0,11367
5	Sampel 5	0,10947
6	Sampel 6	0,08378
7	Sampel 7	0,09646
	Rata- Rata	0,0989

Berdasarkan Tabel 4.9 dapat diketahui bahwa hasil konsentrasi rata - rata logam merkuri pada sampel diperoleh sebesar 0,0989 mg/Kg. Hasil pengujian cemaran logam berat merkuri pada sampel rajungan ini masih dalam kadar aman, karena dibawah syarat yang telah ditentukan. Syarat cemaran Logam berat merkuri pada produk perikanan khususnya untuk rajungan *pasteurisasi* dalam kaleng adalah tidak boleh melebihi 0,5 mg/Kg (BSN, 2016).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan Verifikasi pada penentuan logam merkuri pada sampel rajungan kaleng yang telah dilakukan, dapat ditarik kesimpulan bahwa:

1. Hasil Verifikasi metode diperoleh hasil linieritas linieritas berupa koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9975, akurasi sebagai *trueness* sebesar 96,23% dan sebagai *%recovery* sebesar 95,41% , presisi pengujian sampel rajungan dan CRM sebesar 11,47% dan 1,30%, batas *limit* deteksi instrumen sebesar 0,02086 mg/Kg, limit deteksi metode sebesar 0,0028 mg/Kg, limit kuantitasi sebesar 0,02158 mg/Kg. Berdasarkan hasil verifikasi tersebut semuanya telah memenuhi syarat keberterimaan metode yang diminta, sehingga metode ini dapat diterapkan dilaboratorium.
2. Kadar logam berat merkuri pada produk rajungan kaleng diperoleh sebesar 0,0989 mg/Kg, berdasarkan hasil ini sampel rajungan ini masih dalam kadar aman karena dibawah 0.5 mg/Kg.

5.2 Saran

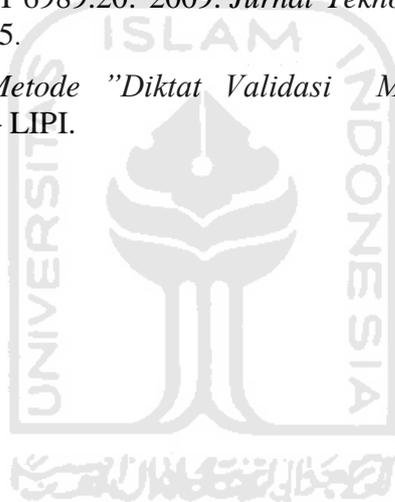
Berdasarkan kegiatan verifikasi yang telah dilakukan penulis menyarankan agar verifikasi metode uji ini selalu dilakukan secara rutin dilaboratorium pada jangka waktu tertentu, setidaknya 1 tahun sekali, agar laboratorium mengetahui kelayakan metode yang ada dan dapat menjamin hasil pengujian.

DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, T. 2014. Kontaminasi Logam Berat Pada Makanan dan Dampaknya Pada Kesehatan. *TEKNOBOGA: Jurnal Teknologi Busana dan Boga*, 1 (1)
- AOAC, 2002, *Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietari Supplements and Botanicals.*, Assosiation of Official Analytical Chemists (AOAC).
- Badan Standarisasi Nasional, 2016a, SNI 6929 : 2016, Daging Rajungan (*portunus Pelagicus*) pasteurisasi dalam Kaleng, Badan Standarisasi Nasional: Jakarta
- Badan Standarisasi Nasional, 2016b, SNI 2354. 6: 2016, Cara Uji Kimia : Bagian 6: Penentuan Kadar Logam Berat Merkuri (Hg) Pada Produk Perikanan, Badan Standarisasi Nasional: Jakarta
- Bambang.Y. G. Charmantier, P. Thuet and J. P. Trilles. 1995. Effect Of Cadmium Survival And Osmoregulation Of Various Developmant Stager Of The Shrim *Penaeus Japonicas* (Crustacea:Decapoda).*Jurnal of Marine Biologi* 3.p.443-500
- BBPMHP, 1995. *Petunjuk Teknis Pengolahan Kepiting dan Rajungan*. Jakarta: Balai Bimbingan dan Pengujian Mutu Hasil Perikanan.
- Beaty, R. D., & Kerber., S. D. 1978. *Consepts, Instrumentation and tecniques in atomic absopstion spectrophotometry* (p. 27). USA: Perkin-Almer
- Budiarti. A., Listyowati,L., & Soenoko, H. R. 2010. Analisis Kadar Timbal (Pb) Dan Merkuri (Hg) Pada Ikan Pindang Salem (*Scomber Australasicus*) Yang Diperoleh Dari Tiga Pasar Tradisional Terbesar Di Kota Semarang. *Jurnal Ilmu Farmasi dan Farmasi Klinik*, 7(2), 14-17
- Cahyani, N., Batu, D. T. L., & Sulistiono, S. (2016). Heavy Metal Contain Pb, Hg, Cd and Cu in Whiting Fish (*Sillago sihama*) Muscle in Estuary of Donan River, Cilacap, Central Java. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, 19(3), 267-276
- Chan, C. C., H. L.Y.C., LEE & X. Zhan. 2004. *Analytical Method Validationand Instrumental Performent Verification*. Willey Intercine A. Jhon Willy and Sons. Inc., Publication
- Damastuti.E., Muhayatun, M., & Adventini, N. 2007. Penentuan Kadar Fe, Mn, Pb, Cu, Cd, As Dan Hg Pada Air Minum Dalam Kemasan Untuk Uji Profisiensi Laboratorium Lingkungan. *Seminar Nasional Sains dan Teknologi Nuklir*. 17-18 Juli 2007. Bandung: Pusat Teknologi Nuklir Bahan dan Radiometri. p.350

- Fitriyah.K.R. 2007. Studi Pencemaran Logam Berat Kadnium (Cd), Merkuri (Hg) dan Tiimbal (Pb) Pada Air Laut, Sedimen, dan Kerang Bulu (Anadara antiqua) diperairan Pantai Lekok Pasuruan. *Tugas Akhir. Malang: UIN Malang*
- Gandjar, G.I., dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Gunandjar. 1985. *Diktat Kuliah Spektrofotometri Serapan Atom*. Yogyakarta: BATAN
- Hafluddin, 2003, Studi Proses Khitin Dari Cangkang Rajungan (Portunus sp.) dengan Menggunakan Mesin Ekstraksi Semi Otomatis, *Skripsi*, Fakultas Perikanan Dan Ilmu Kelautan, Bogor: Institut Pertanian Bogor (IPB).
- Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungan. *Jurnal Ilmu Kemarfasian*, Vol I, No 3 , 117 -135
- Jawana. S., & Romimohtarto, K., 2000, *Rajungan Perikanan, Cara Budidaya dan Menu Masakan*. Jakarta: Penerbit Djambatan
- KLH. 2010. *Pedoman Verifikasi Metode Pengujian Parameter Kualitas Lingkungan*, Jakarta: Kementerian Lingkungan Hidup.
- Khantasubrata, J., 2008. *Validasi Metode*. Bandung: Pesar Penelitian LIPI
- Khan, S.E., & Mark A. J., 1996, *Laboratory Statistics (3th edition)*. Inc. Missouri: Mosby Year Book.
- Khopkar, S. M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik Kedua*, Jakarta: UI Press
- Kitong,M.T., Abidjulu, J., & Koleangan, H. S. (2012). Analisis merkuri (Hg) dan arsen (As) di sedimen sungai Ranoyapo kecamatan Amurang Sulawesi Utara. *Jurnal MIPA*, 1(1), 16-19.
- Kristanto. P., 2002, *Ekologi Industri*, Yogyakarta: Andi Press
- Kristianingrum, Susila. 2009. Kajian Teknik Analisis Merkuri Yang Sederhana, Selektif, Prekonsentrasi, Dan Penentuannya Secara Spektrofotometri. *Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan, dan Penerapan MIPA*, 16 Mei 2009, Yogyakarta: Fakultas Mipa Universitas Negeri Yogyakarta, K-347
- Kusnoputro. H., 1986, *Kesehatan Lingkungan*, Depdikbud , Fakultas Kesehatan Masyarakat Universitas Indonesia, Jakarta
- Matusiewicz,H. 2003. *Wet Digestion Method. Comprehensive Analytical Methods, Soils, and Oils.*, USA :Environmental Protection Agency.
- Mizards. 2009. Pengemasan Daging Rajungan Pasteurisasi dalam Kaleng, *Skripsi*, Fakultas Perikanan Dan Ilmu Kelautan, Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Nontji, A. 1993. *Laut Nusantara*. Jakarta: Penerbit Djambatan.
- Notohadiprawiro, T. 1995. Logam Berat Dalam Pertanian. *Jurnal Manusia Dan Lingkungan*. 2 (7), 3-12.
- Palar. H, 1994, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Jakarta: Rineka Cipta

- Perkin-Elmer Corporation. 2008. *World Leader in AA, ICP-OES, and ICP-MS*. USA. Perkin-Elmer
- Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/ICE 17025 Laboratorium Pengujian Dan Kalibrasi*, Yogyakarta: Deepublish.
- Rohman. A., 2007, *Kimia Farmasi Analisis Cetakan Pertama*, Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Sugeng, Sapto P. R., Subyanto, dan Hadi.P., 2003, *Budidaya Rajungan (Portunus pelagicus) di Tambak Jepara*. Jepara: BBPBAP
- Sumardi, 2002, *Validasi Metode Pengujian*, Bandung, LIPI
- Suwigno, 1989, *Averbrata Air*, Bogor: Lembaga Sumberdaya Informasi IPB
- Walope. R, E., 1995, *Pengantar Statistika. Ed. 3*, Jakarta: Gramedia
- Utami, A. R. 2017. Verifikasi Metode Pengujian Sulfat Dalam Air dan Air Limbah Sesuai SNI 6989.20: 2009. *Jurnal Teknologi Proses dan Inovasi Industri*, 2(1), 19-25.
- Yulia, 2010, *Validasi Metode "Diktat Validasi Metode"*, Bandung: Pusat Penelitian Kimia – LIPI.



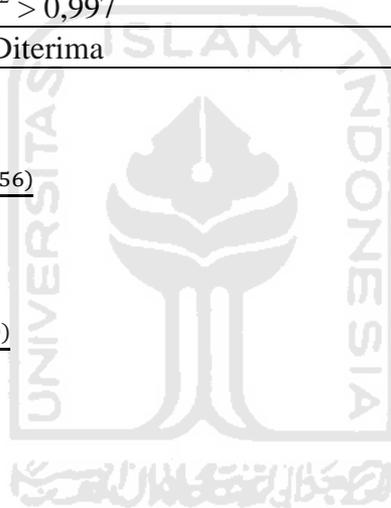


Lampiran 1. Penentuan Linieritas

Larutan Standar	Konsentrasi ($\mu\text{g/L}$)	Absorbansi	$(X_i)^2$	$(x_i \cdot Y_i)$
1	10	0,1214	100	1,214
2	20	0,2433	400	4,866
3	30	0,3731	900	11,193
4	40	0,4683	1600	18,732
5	50	0,6095	2500	30,475
Jumlah	150	1,8156	5500	66,48
slope	0,012012			
intersep	0,00276			
Koefisien	0,9975			
Determinasi (R^2)				
Keberterimaan	$R^2 > 0,997$			
Kesimpulan	Diterima			

$$\begin{aligned} \text{Slope} &= \frac{n\sum(x_i \cdot y_i) - \sum(x_i)\sum(y_i)}{n\sum(x_i^2) - (\sum x_i)^2} \\ &= \frac{5(66,48) - (150)(1,8156)}{5(5500) - (150)^2} \\ &= 0,012 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Intersep} &= \frac{\sum(y_i) - \text{slope} \sum(x_i)}{n} \\ &= \frac{(1,8156 - 0,0120)(150)}{5} \\ &= 0,0028 \end{aligned}$$



Lampiran 2. Penentuan Akurasi

A. Pengujian akurasi dengan CRM

No	Konsentrasi Hg pada CRM (mg/Kg)	Nilai benar pada sertifikat (mg/Kg)	% Akurasi
1	0,39905		
2	0,39501		
3	0,38562		
4	0,39818	0,41	96,23 %
5	0,39023		
6	0,39428		
7	0,39441		
Rata-rata	0,39453		

Cara Perhitungan :

$$\text{Rata-rata } (\bar{x}) = \frac{(0,39905+0,39501+0,38552+0,39818+0,39023+0,39428+0,39941)}{7}$$
$$= 0,39453 \text{ mg/Kg}$$

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{rata-rata pengukuran}}{\text{nilai sebenarnya}} \times 100 \%$$
$$= \frac{0,39453}{0,41} \times 100 \%$$
$$= 96,23 \%$$

b. Penentuan akurasi dengan spike

Pengulangan	Konsentrasi sampel+ spike (mg/Kg)	Konsentrasi Spike (mg/Kg)	Konsentrasi Sampel (mg/Kg)	%Recovery
1	0,57924			96,068
2	0,58653			97,526
3	0,55456			91,132
4	0,57456	0,5	0,0989	95,132
5	0,57715			95,65
6	0,58363			96,946
7	0,57598			95,416
rata-rata	0,57595			95,41

Contoh Cara Perhitungan :

Pengulangan 1

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{konsentrasi sampel+spike} - \text{konsentrasi sampel}}{\text{konsentrasi spike}} \times 100 \%$$

$$= \frac{0,57924 \frac{\text{mg}}{\text{Kg}} - 0,0989 \text{ mg/Kg}}{0,5 \frac{\text{mg}}{\text{Kg}}} \times 100\%$$

$$= 96,068 \%$$

$$\text{Rata-rata} = \frac{0,57924 + 0,58653 + 0,55456 + 0,57456 + 0,57715 + 0,58363 + 0,57598 \left(\frac{\text{mg}}{\text{Kg}} \right)}{7}$$

$$= 0,57595 \text{ mg/Kg}$$

$$\text{Rata-rata (\% recovery)} = \frac{96,068 + 97,526 + 91,132 + 95,132 + 95,65 + 96,946 + 95,416 (\%) }{7}$$

$$= 95,41 \%$$

Lampiran 3. Penentuan Presisi

A. Pengujian Sampel

Pengulangan	Kadar (mg/Kg)	$(X_i - \bar{x})^2$
1	0,08554	0,00017849
2	0,09902	1,44E-08
3	0,10436	2,98116E-05
4	0,11367	0,000218153
5	0,10947	0,000111725
6	0,08378	0,000228614
7	0,09646	5,9536E-06
Rata-rata	0,0989	$\Sigma = 0,000772761$
SD	0,011348725	
% RSD	11,47494978	

Contoh Perhitungan:

$$\text{Rata-rata } (\bar{x}) = \frac{0,08554 + 0,09902 + 0,10436 + 0,11367 + 0,10947 + 0,08378 + 0,09646}{7} = 0,0989$$

mg/Kg

$$\begin{aligned} \text{Standar Deviasi (SD)} &= \sqrt{\frac{\Sigma(X_i - \bar{x})^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{0,00077}{7-1}} \\ &= 0,0113 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ RSD} &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0113}{0,0989} \times 100 \% \\ &= 11,47 \% \end{aligned}$$

b. Pengujian CRM

Pengulangan	Kadar (mg/Kg)	$(x_i - \bar{x})^2$
1	0,39905	2,04692E-05
2	0,39501	2,34533E-07
3	0,38552	8,11029E-05
4	0,39818	1,33538E-05
5	0,39023	1,84532E-05
6	0,39428	6,03755E-08
7	0,39941	2,38562E-05
Rata – Rata	0,39453	0,00015753
SD	0,0051	
% RSD	1,30	

Contoh Perhitungan:

$$\text{Rata-rata } (\bar{x}) = \frac{(0,39905 + 0,39501 + 0,38552 + 0,39818 + 0,39023 + 0,39428 + 0,39941)}{7} = 0,39453$$

mg/Kg

$$\begin{aligned} \text{Standar Deviasi (SD)} &= \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{x})^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{0,00016}{7-1}} \\ &= 0,0051 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ RSD} &= \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \% \\ &= \frac{0,0051}{0,3945} \times 100 \% \\ &= 1,30 \% \end{aligned}$$

Lampiran 4. Penentuan Limit Deteksi dan Kuantitasi

Pengulangan	Konsentrasi (mg/Kg)	$(x_i - \bar{x})^2$
1	0,00306	0,00001024
2	0,00782	2,4336E-06
3	0,00731	1,1025E-06
4	0,00639	1,69E-08
5	0,00632	3,6E-09
6	0,00614	1,44E-08
7	0,00678	2,704E-07
Rata-rata	0,00626	1,40814E-05
Sd	0,00153196	
Limit Deteksi	0,010855879	
Limit Kuantitasi	0,021579595	

Contoh Perhitungan:

$$\text{Rata-rata } (\bar{x}) = \frac{0,00306 + 0,00782 + 0,00731 + 0,00639 + 0,00632 + 0,00614 + 0,00678}{7}$$

$$= 0,00678 \text{ mg/Kg}$$

$$\text{Standar Deviasi (SD)} = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,0000141}{7-1}}$$

$$= 0,00153$$

$$\text{Limit Deteksi} = \bar{x} + 3SD$$

$$= 0,00626 + (3 \times 0,00153)$$

$$= 0,01086 \text{ mg/Kg}$$

$$\text{Limit Kuantitasi} = \bar{x} + 10 SD$$

$$= 0,00626 + (10 \times 0,00153)$$

$$= 0,02158 \text{ mg/Kg}$$

Lampiran 5 Penentuan Limit Deteksi Metode

No	Konsentrasi ($\mu\text{g/L}$)	Absorbansi	Yi	$(y-y_i)^2$
1	10	0,1214	0,1228	0,00000196
2	20	0,2433	0,2428	0,00000025
3	30	0,3731	0,3628	0,00010609
4	40	0,4683	0,4828	0,00021025
5	50	0,6095	0,6028	4,489E-05
Jumlah				0,0004
Sy/x				0,0110
LOD Metode				2,7517

Contoh perhitungan :

$$S \frac{y}{x} = \sqrt{\frac{\sum(y-y_1)^2}{n-2}}$$

$$S \frac{y}{x} = \sqrt{\frac{0,0004}{5-2}}$$

$$S \frac{y}{x} = 0,0110$$

$$LOD = \frac{3x \cdot s^y/x}{Slope}$$

$$LOD = \frac{3 \times 0,0110}{0,012}$$

$$LOD = 2,7517 \mu\text{g/L}$$



Lampiran 6 Perhitungan Pembuatan Standar Merkuri

Larutan Standar Primer merkuri : 1000 ppm

a. Pembuatan larutan standar merkuri pertama : 50 mg/L (5000 ppb)

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 1000 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \cdot 50 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

b. Pembuatan larutan standar merkuri kedua : 2,5 mg/L (2500 ppb)

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 50 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \cdot 2,5 \text{ ppm}$$

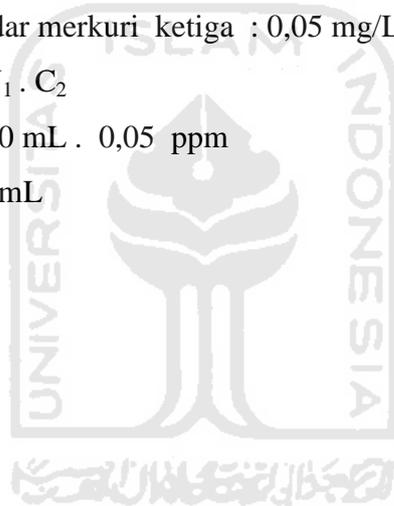
$$V_1 = 5 \text{ mL}$$

c. Pembuatan larutan standar merkuri ketiga : 0,05 mg/L (50 ppb)

$$V_1 \cdot C_1 = V_2 \cdot C_2$$

$$V_1 \cdot 2,5 \text{ ppm} = 100 \text{ mL} \cdot 0,05 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 2 \text{ mL}$$



Lampiran 7. Gambar Instrumen GF AAS dan *microwave Digester*

