

**PENENTUAN KADAR LOGAM MERKURI (Hg) DALAM IKAN
LEMURU (*Sardinella Lemuru*) DENGAN *MICROWAVE DIGESTION*
MENGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM UAP DINGIN
(SSA-UD)**

SKRIPSI

Oleh :
ZAINAB AL WAHIDA
NIM. 15630002



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**PENENTUAN KADAR LOGAM MERKURI (Hg) DALAM IKAN
LEMURU (*Sardinella Lemuru*) DENGAN *MICROWAVE DIGESTION*
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM UAP DINGIN
(SSA-UD)**

SKRIPSI

Oleh :
ZAINAB AL WAHIDA
NIM. 15630002

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019

**PENENTUAN KADAR LOGAM MERKURI (Hg) DALAM IKAN
LEMURU (*Sardinella Lemuru*) DENGAN *MICROWAVE DIGESTION*
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM UAP DINGIN
(SSA-UD)**

SKRIPSI

Oleh:
ZAINAB AL WAHIDA
NIM. 15630002

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 13 Juni 2019

Pembimbing I

Diana Candra Dewi, M.Si
NIP. 19770720 200312 2 001

Pembimbing II

Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIDT. 19890113 20180201 1 244



Mengetahui,
Ketua Jurusan

Etik Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**PENENTUAN KADAR LOGAM MERKURI (Hg) DALAM IKAN
LEMURU (*Sardinella Lemuru*) DENGAN *MICROWAVE DIGESTION*
MENGUNAKAN SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM UAP DINGIN
(SSA-UD)**

SKRIPSI

Oleh:
ZAINAB AL WAHIDA
NIM. 15630002

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 13 Juni 2019

Penguji Utama : Dr. Akyunul Jannah, S.Si, M.P
NIP. 19750410 200501 2 009



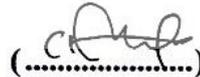
Ketua Penguji : Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si
NIDT. 19890527 20160801 2 071



Sekretaris Penguji : Diana Candra Dewi, M.Si
NIP. 19770720 200312 2 001



Anggota Penguji : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I
NIDT. 19890113 20180201 1 244



Mengesahkan,
Ketua Jurusan

Elek Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

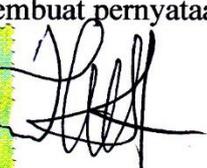
Nama : Zainab Al Wahida
NIM : 15630002
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Penentuan Kadar Logam Merkuri (Hg) Pada Ikan Lemuru
(*Sardinella Lemuru*) Dengan *Microwave Digestion*
Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin
(SSA-UD)

Menyatakan dengan Sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencamtumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 20 Juni 2019

Yang membuat pernyataan




l Wahida

NIM. 15630002

PERSEMBAHAN

Karya ini aku persembahkan kepada Allah SWT dan Rosulnya karena telah melancarkan penelitian ini dan mempermudah dalam menjalankannya. Tak terhitung bantuan yang Allah berikan kepada saya dalam menjalankan penelitian ini. Teruntuk pula orang tuaku, Bapak Imam Holik dan Ibu Farihatun Nuril Laili juga semua keluargaku yang sudah memberi semangat dalam bentuk do'a dan motivasi serta bapak dan pak lek Ahmad yang sudah membantu mengantar saya untuk mengambil sampel dengan lelahnya membomceng saya PP Jember-Banyuwangi . Terimakasih Kepada ibu Diana, ibu Armeida, ibu Akyun dan Pak Oky yang telah membimbing saya dari awal penelitian hingga selesai dan sabar dalam membimbing saya. Terimakasih pula kepada Pak Taufik karena telah sabar menghadapi saya ketika analisis. Terimakasih kepada Dosen dan civitas akademik kimia uin malang yang telah membagikan ilmunya kepada saya. Teman-teman yang saya cintai, yang menemani dari tahun 2015 sampai sekarang. Terimakasih juga untuk teman kamar ma'had Nourma, Nunung, Elif, kak Ros, Fifi, Nofi, Anggi dan Fau yang sudah memberi semangat dan menemani hari-hari saya ketika di ma'had. Tak lupa juga teman sekamar kos serta satu kelompok penelitianku Rahma yang sudah membantu dalam sharing dan penyusunan skripsi ini juga Nadia. Terimakasih juga untuk Temen Kos Griya Muslimah yang telah mengisi keseharian saya. Terimakasih kepada teman-teman kimia angkatan 2015 seperjuangan. Semoga kita semua bisa sukses baik dunia maupun akhirat. Semoga kita dapat berjumpa kembali.

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum wa Rahmatullahi wa Barakatuh

Alhamdulillah, puji syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya kepada penulis atas terselesainya proposal ini. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Besar Muhammad SAW yang n beliau telah membimbing kita dari jalan yang salah menuju ke jalan yang benar. Penyusun mengucapkan syukur Alhamdulillah atas terselesaikannya laporan proposal penelitian dengan “**Penentuan Kadar Logam Merkuri (Hg) Dalam Ikan Lemuru (*Sardinella Lemuru*) degan *Microwave Digestion* menggunakan Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD).**” Laporan Skripsi penelitian ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban untuk jenjang S1 dalam tugas akhir.

Penulis pada kesempatan ini mengucapkan banyak terimakasih kepada pihak yang telah banyak membantu dalam penelitian ini, yaitu

1. Kedua Orang tua penulis beserta keluarga.
2. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si dan Ibu Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si selaku pembimbing dan konsultan.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si Selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Segenap Civitas Akademik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi bimbingan dan ilmunya yang bermanfaat.
5. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Prof. H. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Teman satu kelompok penelitian Rahma dan Nadia juga teman satu angkatan yang tidak bisa saya sebut.

Penulis menyadari akan kekurangan dan keterbatasan dalam penyusunan laporan penelitian ini. Oleh karena itu, diperlukan kritik dan saran yang membantu

dalam upaya memperbaiki tulisan dan isi laporan hasil penelitian sehingga menjadi lebih baik lagi. Semoga tugas pembuatan laporan hasil penelitian ini dapat menjadi acuan dalam pembelajaran dan bermanfaat bagi kita semuanya. Aamin.

Wassalamualaikum wa Rahmatullahi wa Barakatuh

Malang, 13 Juni 2019

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
HALAMAN PENGANTAR	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
ABSTRACT	xiv
الملخص	xv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	8
2.1 Ikan Lemuru.....	8
2.2 Kontaminasi Logam Merkuri (Hg) Pada Ikan Lemuru	12
2.2.1 Toksisitas Logam Merkuri	14
2.3 Metode Destruksi Basah Tertutup Dan Variasi Zat Pendestruksi	15
2.4 Analisa Hg secara Spektroskopi Serapan Atom	19
2.5 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	22
2.5.1 Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD).....	24
2.6 Analisa <i>One Way</i> ANOVA.....	25
BAB III METODE PENELITIAN	27
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan	27
3.2 Alat dan Bahan	27
3.2.1 Alat.....	27
3.2.2 Bahan	27
3.3 Rancangan Penelitian.....	28
3.4 Tahapan Penelitian.....	28
3.5 Cara Kerja	29
3.5.1 Pengambilan Sampel	29
3.5.2 Preparasi Sampel	29
3.5.3 Destruksi Ikan Lemuru	29
3.5.4 Penentuan Kadar Logam Merkuri	30

1. Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin	30
2. Pembuatan Larutan Standar	30
3. Penentuan Kadar Logam Merkuri (Hg) dalam Sampel Ikan Lemuru dengan Variasi Ukuran	31
3.6 Analisis Data	32
3.6.1 Analisis Kadar Merkuri Pada Ikan Lemuru	32
3.6.2 Analisis Statistik	33
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel	34
4.2 Pembuatan Kurva Standar Merkuri	35
4.3 Penentuan Larutan Pendestruksi	37
4.4 Merkuri dalam Sampel Ikan Lemuru berdasarkan Ukuran	40
4.5 Kajian Hasil Penelitian Merkuri dalam Ikan Lemuru menurut Persepektif Islam	41
BAB V PENUTUP	46
5.1 Kesimpulan	46
5.2 Saran	46
DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	53

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Peta Persebaran Ikan Lemuru	10
Gambar 2.2 Kurva Pertumbuhan ikan lemuru berdasarkan Von Bertalanfy	11
Gambar 2.3 Prinsip atomisasi Spektroskopi	20
Gambar 2.4 Instrumen Spektroskopi Serapa Atom	23
Gambar 4.1 Kurva Standar	36
Gambar 4.2 Konsentrasi merkuri pada ikan lemuru variasi larutan	38
Gambar 4.3 Kadar Merkuri pada beberapa variasi ukuran	40



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kondisi Optimum Analisa Logam Merkuri	24
Tabel 3.1 Volume perbandingan zat pendestruksi	30
Tabel 3.2 Kadar Logam Merkuri (Hg) pada masing-masing sampel.....	31
Tabel 4.1 Hasil <i>one way anova</i> variasi larutan	39
Tabel 4.2 Hasil <i>one way anova</i> variasi ukuran	41



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian	53
Lampiran 2 Diagram Alir.....	54
Lampiran 3 Perhitungan.....	56
Lampiran 4 Hasil Uji Kurva Standar	61
Lampiran 5 Rancangan Penelitian	64
Lampiran 6 Dokumentasi penenilitan	69
Lampiran 7 Analisis Statistik	71



ABSTRAK

Wahida, Zainab Al. 2019. **Penentuan Kadar Logam Merkuri (Hg) Dalam Ikan Lemuru (*Sardinella Lemuru*) Dengan Microwave Digestion Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD).** Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing 1: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing 2: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I; Konsultan: Armeida Dwi Ridhowati Madjid M.Si.

Kata kunci: Ikan Lemuru, Merkuri (Hg), Destruksi *Microwave*, SSA-UD

Ikan Lemuru (*Sardinella lemuru*) merupakan salah satu ikan jenis pelagis yang hidup di daerah Muncar. Keberadaan aktivitas pertambangan dan gunung berapi dapat menyebabkan ikan terkontaminasi oleh logam merkuri (Hg). Kandungan Hg pada ikan lemuru dianalisis menggunakan SSA-UD dengan diawali destruksi menggunakan *microwave*. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan larutan pendestruksi terbaik pada metode destruksi menggunakan *microwave* dan konsentrasi logam merkuri (Hg) pada variasi ukuran ikan lemuru. Variasi komposisi larutan pendestruksi yang digunakan yaitu HNO₃ (1:0), HNO₃ : H₂O₂ (1:1) HNO₃ : H₂O₂ (2:1), HNO₃ : H₂O₂ (4:1) dan HNO₃ : H₂O₂ (10:3). Larutan pendestruksi terbaik akan digunakan untuk menentukan konsentrasi logam Hg pada variasi ukuran ikan lemuru yaitu 11-15 cm, 15-18 cm dan >18 cm. Pengaruh larutan pendestruksi serta pengaruh ukuran dengan konsentrasi merkuri pada ikan lemuru di analisa menggunakan uji *one way* anova. Hasil analisis menunjukkan larutan pendestruksi terbaik untuk analisis logam merkuri pada ikan lemuru yaitu HNO₃ : H₂O₂ (4:1). Kandungan logam merkuri pada ikan lemuru dengan ukuran 11-15 cm, 15-18 cm dan >18 cm secara berurutan yaitu 143,601 ppb, 187,739 ppb dan 186,819 ppb per Kg. Hasil ini menunjukkan bahwa kadar logam merkuri pada variasi ukuran ikan lemuru di Muncar masih dibawah ambang batas SNI sebesar 0,5 ppm atau 500 ppb per Kg.

ABSTRACT

Wahida, Zainab Al. 2019. **Determination of Mercury (Hg) in Lemuru Fish (*Sardinella Lemuru*) with Microwave Digestion using Cold Vapour Atomic Absorption Spectroscopy (CV-AAS)**. Thesis. Chemistry Departement, Faculty of Science and Technology Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Adviser 1: Diana Candra Dewi, M.Si; Adviser 2: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I; Consultant: Armeida Dwi Ridhowati Madjid, M.Si.

Keywords: Lemuru Fish, Mercury (Hg), Microwave Digestion, CV-AAS

Lemuru fish (*Sardinella lemuru*) is one of the pelagic fish species that lives in the Muncar area. The fish can be contaminated by mercury (Hg) because existence of mining activities and volcanoes. The Hg level in lemuru fish was analyzed using CV-AAS which was preceded by microwave digestion. This study aimed to determine the best digestion solution in the microwave digestion method and the concentration of mercury (Hg) in each size variation of lemuru fish. Variations composition of the digestion solution used were HNO₃ (1:0), HNO₃: H₂O₂ (1:1) HNO₃: H₂O₂ (2:1), HNO₃: H₂O₂ (10:3) and HNO₃: H₂O₂ (4:1). The best digestion solution would be used to determine the concentration of Hg in variations size of lemuru fish wich were 11-15 cm, 15-18 cm and >18 cm. The effect of the digestion solution and the effect of size with mercury concentration on lemuru fish was tested using one way ANOVA. The results of the analysis showed that the best digestion solution for the analyzed of mercury in lemuru fish was HNO₃: H₂O₂ (4: 1). The mercury contained in lemuru fish with size 11-15 cm, 15-18 cm and >18 cm were 143,601 ppb, 187,739 ppb and 186,819 ppb per Kg respectively. These results indicated the mercury in each size of lemuru in Muncar was still below the SNI regulation that stated must be under 0.5 ppm or 500 ppb per Kg.

الملخص

زينب الوحدة، 2019، تحديد محتوى الزئبق المعدني (Hg) في أسماك ليمورو (*Sardinella Lemuru*) بالتدمير الميكروويف باستخدام مطياف الامتصاص الذري بالبخر البارد (CV-AAS). قسم الكيمياء في كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: دينا جندرا دوي الماجستير، المشرفة الثانية: اوكي باجس فراستيو الماجستير، مستشار: أرميدا دوي رضاوتي مجدد الماجستير.

الكلمات الأساسية: أسماك ليمورو، الزئبق (Hg)، التدمير الميكروويف، (CV-AAS).

أسماك ليمورو (*Sardinella Lemuru*) هي إحدى من أنواع الأسماك البحرية التي تعيش في منطقة مونجار. ظهر في الدراسة السابقة تلوث الزئبق في أسماك ليمورو. ويهدف هذا البحث إلى تحديد أفضل حال مدمر وتركيز الزئبق المعتدي (Hg) في اختلاف مقياس أسماك ليمورو باستخدام التدمير الميكروويف. والاختلاف في تكوين الحل المستخدم هو (4:1) $H_2O_2 : HNO_3$ ، (10:3) $H_2O_2 : HNO_3$ ، (1:0) $H_2O_2 : HNO_3$ ، (1:1) $H_2O_2 : HNO_3$ ، (2:1) $H_2O_2 : HNO_3$. وتمت نتائج تحليل التدمير باستخدام مطياف الامتصاص الذري بالبخر البارد (SSA-UD). سيستخدم أفضل محلول مدمر لتحديد تركيز الزئبق في اختلاف مقياس أسماك ليمورو على 11-15 سنتيمتر و15-18 سنتيمتر وأكبر من 18. وتحلل تأثير محلول المدمر والمقياس مع تركيز الزئبق على أسماك ليمورو باختبار انوفا. أن أهداف البحث هي أفضل حال مدمر الزئبق المعتدي في أسماك ليمورو هي $H_2O_2 : HNO_3$ (4:1) ومحتوى الزئبق المعتدي في أسماك ليمورو على 11-15 سنتيمتر و15-18 سنتيمتر وأكبر من 18 هي 143،601 جزء في البليون و187،739 جزء في البليون و186،819 جزء في البليون. فتظهر النتائج السابقة إلى أن مستوى الزئبق المعتدي في أسماك ليمورو لايزال تحت طرف المعايير الوطنية.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Ikan merupakan sumber protein yang dikonsumsi oleh masyarakat karena rasanya yang enak dan gurih juga memiliki kandungan protein yang lebih tinggi daripada serelia pada kacang-kacangan. Ikan juga mengandung asam lemak yang dapat mengaktifkan sel-sel otak kecil. Kandungan kolesterol pada ikan cukup rendah dibanding yang lain, sehingga ikan banyak digemari dibandingkan daging merah baik itu sapi maupun kambing (Kresna, 2017).

Besarnya potensi bahari ini harus kita syukuri karena kita dapat memanfaatkannya dan mengonsumsinya untuk memenuhi kebutuhan hidup. Sehingga sepatutnya kita bersyukur atas nikmat yang Allah telah berikan. Dalam Surah An-Nahl ayat 14 Allah berfirman :

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لِتَأْكُلُوا مِنْهُ لَحْمًا طَرِيًّا وَتَسْتَخْرِجُوا مِنْهُ حِلْيَةً تَلْبَسُونَهَا وَتَرَى الْفُلْكَ مَوَاجِرَ
فِيهِ وَ لَتَبْتَغُوا مِنْ فَضْلِهِ وَلِعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ

Artinya : *Dan dialah yang menundukkan lautan (untuk kalian) agar kalian dapat memakan darinya daging yang segar (ikan), dan kalian mengeluarkan dari lautan itu perhiasan yang kalian pakai, dan kalian melihat bahtera berlayar padanya supaya kalian mencari (keuntungan) dari karunianya, dan supaya kalian bersyukur. (QS. An-Nahl 16: 14)*

Tafsir Ibn Katsir menjelaskan tentang surah dan ayat ini bahwa Allah telah menundukkan lautan serta ombaknya yang besar dan bergumuruh kepada hamba-hamba-Nya, sehingga hambanya dapat mengarungi lautan ini sehingga mereka bisa menangkap ikan-ikan yang telah diciptakan dan menghalalkannya untuk hamba-hambanya untuk memakan dagingnya baik yang mati ataupun yang hidup

atau yang mati dalam keadaan ihram atau tidak supaya manusia dan mencari keuntungan dari lautan serta tanda-tanda kebesaran Allah supaya manusia itu bersyukur (Abdul-Rahman, 2009).

Qur'an Surah An-Nahl ini menjelaskan tentang Allah yang telah menundukkan lautan agar hasil dari lautan dimanfaatkan oleh manusia untuk memenuhi kebutuhannya. Salah satu dari hasil lautan yaitu ikan. Ikan yang banyak terdapat di lautan banyak dikonsumsi sebagai sumber protein. Dengan banyaknya ikan yang dapat kita manfaatkan ini kita harus mensyukuri nikmat yang telah Allah diberikan. Selain itu kita oleh Allah disuruh untuk memikirkan tanda-tanda kebesaran Allah bagi orang yang berakal, sesuai dengan surah Ali-Imron 3:190 :

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمُوتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ

Artinya: *Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan silih bergantinya malam dan siang terdapat tanda-tanda bagi orang yang berakal (QS. Ali-Imron (3): 190).*

Ayat diatas menyuruh kita untuk memikirkan setiap fenomena alam yang terjadi dan memikirkan akan kebesaran Allah atas penciptaannya. Kata *ulul albab* diatas adalah orang yang berakal yang menunjukkan agar manusia mampu menyadari perbedaan dirinya. Serta bertanggung jawab terhadap tuhan untuk membawa perubahan di lingkungannya agar menuju kearah yang lebih baik berdasarkan ajaran Al-Qur'an dengan menjaga lingkungan serta memikirkan semua fenomena alam yang telah Allah ciptakan (Qodratulloh, 2016 ; Aliyah 2013).

Ikan Lemuru (*Sardinella Lemuru*) adalah ikan jenis pelagis kecil yang hidup diwilayah Selat Bali dan sekitarnya. Ikan lemuru banyak terdapat di daerah Muncar. Topografi laut daerah Muncar sesuai dengan habitat ikan lemuru, sehingga kelimpahan ikan lemuru menjadi lebih besar (Wujdi dkk, 2012). Ikan lemuru umumnya diolah untuk dijadikan ikan kaleng dan tepung ikan (Wujdi dkk, 2012). Kandungan gizi pada ikan lemuru diantaranya yaitu omega-3 dan omega-6 yang berfungsi untuk meningkatkan kecerdasan otak (Wildan, 2000).

Namun, penelitian terdahulu menunjukkan terdapat cemaran logam merkuri (Hg) pada biota air seperti pada ikan lemuru dengan konsentrasi merkuri 124,40 ppb yang dilakukan oleh Mukharromah (2015), Kerang hijau Oleh Nisa (2015) dengan konsentrasi merkuri sebesar 916,6 ppb dan pada ikan tuna dengan konsentrasi 108,613 ppb oleh Laili (2015) di daerah Muncar. Sumber logam merkuri dapat berasal dari aktifitas pertambangan dan aktivitas gunung merapi yang berada di sekitar Banyuwangi (Silaban, 2016). Keracunan merkuri menyebabkan gangguan kesehatan seperti gangguan sistem saraf, alergi, kerusakan fungsi otak, DNA dan kromosom, sakit kepala, kelelahan dan ruam kulit (Sundari dkk, 2016). Ambang batas yang diperbolehkan oleh di Indonesia yaitu SNI 7387:2009 sebesar 0,5 ppm pada seluruh jenis ikan.

Penentuan kadar merkuri dilakukan menggunakan spektroskopi serapan atom uap dingin Hg (SSA-UD) (Syafnir dan Putri, 2011). Instrumen ini baik digunakan untuk elemen yang lebih mudah menguap. Penggunaan SSA-UD dapat membaca konsentrasi logam bahkan dalam konsentrasi yang sangat kecil (Kristianingrum, 2012). Suhu SSA-UD lebih rendah daripada SSA pada umumnya, sehingga SSA-UD dapat menentukan kadar merkuri dengan

mengatomisasi logam Hg (Skoog *et al.*, 2004). SSA-UD mengatomisasi ion merkuri dengan cara mereduksi logam Hg dengan pereaksi kimia kemudian di aerasi. Uap yang terbentuk dialirkan dalam sel absorbs yang dilewati cahaya lampu katoda merkuri, sehingga terjadi absorpsi (Krisnadwi, 2017).

Destruksi sampel perlu dilakukan untuk memisahkan logam Hg pada ikan. Destruksi yang digunakan adalah metode pendestruksi basah tertutup menggunakan *microwave*. Destruksi menggunakan *microwave* memiliki banyak keuntungan, seperti waktu yang singkat, menggunakan sedikit pelarut, dan juga hasil ekstraksi yang baik dengan biaya lebih rendah (Khajeh dan Ghanbari, 2011) dan membutuhkan waktu yang relatif singkat yaitu 20-40 menit (Rodiana dkk, 2013). Berbeda dengan metode refluks yang membutuhkan waktu lebih dari 24 jam dan persen *recovery* (perolehan kembali) destruksi *microwave* memiliki nilai akurasi yang lebih baik daripada destruksi asam terbuka karena larutan yang menguap (Rodiana dkk, 2013). Pemanasan *microwave* bekerja dengan cara melewatkan radiasi gelombang mikro pada larutan sampel. Molekul pada sampel tersebut akan menyerap energi elektromagnetik tersebut. Molekul tersebut bersifat elektrik dipol yang memiliki muatan negatif pada satu sisi dan muatan positif pada sisi lainnya. Akibatnya molekul-molekul tersebut akan berputar mensejajarkan diri dengan adanya medan listrik yang berubah-ubah yang diinduksi melalui gelombang mikro. Gerakan tersebut menyebabkan gesekan dan menciptakan panas. Selain itu, energi gelombang mikro ditransfer langsung ke semua molekul larutan secara bersamaan tanpa memanaskan vessel. sehingga, suhu didih tercapai di seluruh larutan dengan cepat. Berbeda dengan metode refluks atau destruksi asam

terbuka, bejana terlebih dahulu menyerap panas kemudian mentransfer panas ke larutan dengan cara konduksi (Skoog *et al.*, 2004).

Proses destruksi basah memerlukan pelarut untuk melarutkan logam. Pelarut mempengaruhi hasil dari destruksi (Kristianingrum, 2012). Pelarut dapat berupa zat pendestruksi tunggal ataupun campuran. Menurut Amaral *et al.* (2016) zat pendestruksi yang baik menggunakan zat pendestruksi tunggal, sedangkan menurut Nguyen *et al.* (1998) menggunakan larutan dengan variasi jenis pelarut merupakan variasi terbaik. Larutan HNO_3 dan H_2O_2 digunakan sebagai larutan pendestruksi karena dapat memutus ikatan organologam dan H_2O_2 selain sebagai larutan pengoksidasi H_2O_2 juga dapat mejernihkan larutan (Wulandari dan Sukesi, 2013). Penelitian yang dilakukan oleh Amaral *et al.* (2016) ditemukan konsentrasi logam merkuri 0,68 ppm pada ikan hiu (*Dogfish Liver*) dengan zat pedestruksi HNO_3 . Analisis merkuri menggunakan campuran larutan $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ dengan perbandingan 4:1 didapat konsentrasi merkuri sebesar 0,0062 ppm pada ikan nila (Rahman dkk, 2016). Selain itu campuran $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (1:1) menghasilkan kadar merkuri pada sampel ikan hiu biru sebesar $1,9 \pm 0,1$ ppm (Augelli *et al.*, 2007). Penelitian yang dilakukan oleh Tyutyunnik *et al.* (2013) didapat konsentrasi merkuri pada ikan sebesar $0,048 \pm 0,004$ ppm dengan variasi larutan $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (2:1). Penelitian lain juga melaporkan (Popovic *et al.*, 2018) merkuri dalam ikan tuna sebesar 0,068 ppm perbandingan (10:3). Penggunaan asam nitrat dapat melarutkan logam merkuri pada konsentrasi yang tinggi ataupun konsentrasi rendah. Selain itu penggunaan larutan lain seperti HCl akan menurunkan hasil kali kelarutan pada merkuri. Merkuri yang bereaksi dengan HCl memiliki hasil kali kelarutan yang rendah yaitu sekitar $3,5 \times 10^{-18}$. Sehingga

penggunaan HCl kurang menguntungkan untuk destruksi merkuri, karena merkuri akan mengendap (Svehla, 1990).

Selain faktor zat pendestruksi, ukuran pada ikan lemuru meningkatkan konsentrasi logam merkuri yang terakumulasi pada tubuh ikan. Kandungan logam berat pada ikan dan biota air lainnya akan bertambah seiring berjalannya waktu karena sifatnya bioakumulatif (Jakfar dan Manan, 2014 ; Rochyatun dkk, 2010). Menurut Suwarso dan Wujdi (2015) Ukuran ikan lemuru di Selat Bali dibagi menjadi 4 yaitu sempenit (<11 cm), protolan (11-15 cm), lemuru (15-18 cm) dan lemuru kucing (>18 cm). Ukuran tersebut berkorelasi dengan masa hidup dari ikan, sehingga dimungkinkan akumulasi logam akan lebih beragam.

Berdasarkan penjabaran diatas, penelitian akan dilakukan untuk mengetahui kandungan merkuri dalam ikan lemuru di daerah Muncar. Metode destruksi yang digunakan adalah *microwave* dengan variasi larutan HNO_3 (1:0), $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (1:1), $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (2:1), $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (4:1) dan $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (10:3). Konsentrasi ikan lemuru ditentukan menggunakan SSA-UD. Larutan pendestruksi terbaik akan dipakai untuk menentukan konsentrasi merkuri pada ikan lemuru dengan variasi ukuran ikan. Pengaruh larutan pendestruksi dengan konsentrasi merkuri lemuru serta pengaruh ukuran dengan konsentrasi merkuri pada ikan lemuru di analisa menggunakan uji anova.

1.2 Rumusan Masalah

1. Apakah larutan pendestruksi terbaik yang digunakan pada proses destruksi menggunakan *microwave* untuk analisis Merkuri pada ikan lemuru?
2. Berapakah kadar logam merkuri (Hg) pada berbagai ukuran ikan lemuru secara Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD)?

1.3 Tujuan

1. Untuk mengetahui zat pendestruksi terbaik yang digunakan pada proses destruksi menggunakan *microwave*.
2. Untuk mengetahui kadar logam merkuri (Hg) pada sampel ikan lemuru secara Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD).

1.4 Manfaat

Manfaat yang didapat dari penelitian ini yaitu memberikan informasi tentang komposisi larutan yang dapat digunakan sebagai pendestruksi ikan lemuru dan memberikan informasi kadar logam Hg yang terdapat pada ikan lemuru, sehingga kita dapat mengetahui pencemaran logam Hg di daerah muncar

1.5 Batasan Masalah

1. Sampel yang digunakan merupakan ikan lemuru yang didapat dari Muncar dengan variasi ukuran 11-15 cm, 15-18 cm dan >18.
2. Destruksi yang digunakan adalah destruksi basah tertutup menggunakan *microwave*.
3. Variasi zat pendestruksi yang digunakan dalam analisa cemaran logam merkuri (Hg) secara Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD) adalah HNO₃ (1:0), HNO₃ : H₂O₂ (1:1), HNO₃ : H₂O₂ (2:1), HNO₃ : H₂O₂ (10:3) dan HNO₃ : H₂O₂ (4:1).
4. Menggunakan alat Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD) Varian Spektra AA 240.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Ikan Lemuru

Ikan lemuru (*Sardinella lemuru*) merupakan jenis ikan pelagis kecil yang banyak ditemukan di Indonesia. Hasil tangkapan ikan lemuru mendominasi hingga mencapai 90% dari semua total tangkapan pada tahun 2007 hingga 2010 (Wujdi dkk, 2012). Sehingga ikan lemuru banyak diolah oleh masyarakat sekitar. Perairan Selat Bali memiliki bentuk corong yang dengan luas yaitu 2500 Km². Bagian utara adalah bagian yang memiliki celah sempit dengan lebar yaitu sekitar 2,5 Km dan lebar bagian selatan yaitu 55 Km. Kedalaman area ini sekitar 300 m dengan bertambahnya kedalaman dibagian selat selatan dengan kedalaman 1300 m dan pada bagian tengah terdapat area dangkal atau gosong yang disebut sebagai Gosong Ratu. Dengan topografi ini, wilayah Selat Bali kaya akan jenis biota laut. Salah satu biota laut tersebut adalah ikan pelagis yaitu ikan lemuru. Ikan ini hidup pada perairan dangkal dan hidup secara berkelompok. Lemuru merupakan spesies jenis ikan permukaan sehingga habitat yang cocok adalah perairan pantai. Namun ikan ini terkadang beruaya pada perairan oseanik dengan salinitas yang tinggi (Wujdi dkk, 2012).

Ikan lemuru mempunyai karakteristik badan bulat panjang dengan bagian perut bulat tetapi tidak buncit dan berwarna biru kehijauan pada bagian atas dan keperakan dibagian bawah. Bagian penutup insang ikan lemuru sampai pangkal ekor terdapat bulatan-bulatan hitam yang berbaris sebanyak 10 hingga 20 buah. Panjang maksimal ikan lemuru 23 cm dengan panjang rata-rata normalnya yaitu 17-

18 cm. Ikan ini juga mempunyai bentuk tubuh yang pipih, sirip dorsal dengan bentuk lurus dengan bentuk mata yang mirip dengan ikan lainnya. Bentuk mulut lemuru yaitu terminal dengan sirip anak yang mempunyai jari-jari lemah 12-13 dan 45 hingga 49 sisik bujur. Jumlah sirip dorsal lemah 13-21, Sirip ventral berjari-jari dengan jumlah 8-9 dan jumlah insangnya berkisar antara 77-188 lembar (Sarrimbul dkk, 2017).

Klasifikasi ikan lemuru yaitu:

Kingdom: Animalia

Phylum: Chordata

Subphylum : Vertebrata

Kelas : actinopterygii

Subkelas : Teleostei

Ordo : Clupeiformes

Keluarga : Clupeidae

Genus : *Sardinella*

Species : *Sardinella lemuru*

Lemuru umumnya banyak ditemui pada perairan tropis yang berada pada daerah Indo-Pasifik. Ikan ini memenuhi perairan Samudera Hindia. Pada siang hari lemuru akan tinggal di dasar perairan, sedangkan pada malam hari lemuru bergerak ke lapisan permukaan perairan. Kumpulan ikan ini juga sering ditemukan pada siang hari jika langit menjadi mendung dan sedikit gerimis. Ikan lemuru juga hidup dilingkungan perairan yang mempunyai kontribusi massa yang tinggi, sehingga ikan ini hidup tergantung dari jenis lingkungannya.

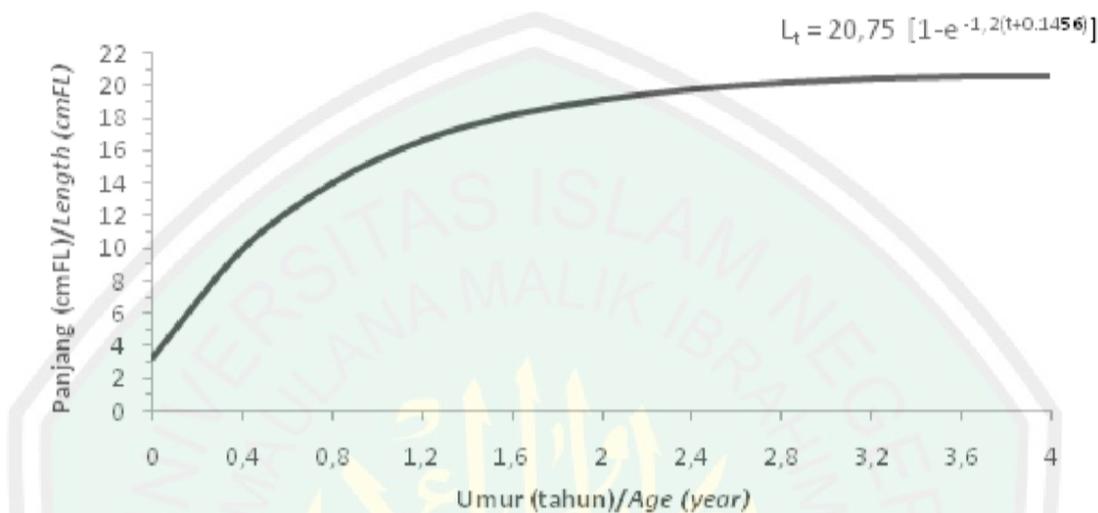
Persebaran ikan lemuru di dunia yaitu pada perairan yang hangat seperti Pukhet, Thailand, Bali, Australia Barat, Perairan Selatan Jawa Timur, Hongkong, Filipina, Bagian barat Samudra Pasifik, Laut Jawa bagian utara, Taiwan hingga perairan Jepang. Di Indonesia Ikan lemuru banyak terdapat pada perairan Jawa dan Bali dan ditemukan pada kedalaman kurang dari 100 m. Banyaknya ikan lemuru yang muncul pada permukaan laut menandakan terdapat sumber makanan bagi ikan dibagian permukaan air atau dapat dikarenakan adanya serangan predator juga karena penyesuaian kondisi tubuh ikan. Peta persebaran ikan lemuru yaitu (Sarrimbul dkk, 2017):



Gambar 2.1 Peta Persebaran Ikan Lemuru

Lemuru bermigrasi dikarenakan beberapa faktor yaitu mencari makanan, mencari tempat aman, memijah dan menjalankan siklus hidupnya, namun migrasi lemuru ini dipengaruhi oleh ketersediaan makanan di alam. Ketersediaan makanan dipengaruhi oleh pengaruh angin, terutama pola angin muson, angin muson timur dan barat. Angin muson timur menyebabkan terjadinya fenomena *upwelling* di daerah pantai Selat Bali, Irian Jaya, Lombok, pantai Barat Sumatera dan selat Jawa sehingga perairan daerah ini menjadi subur dan stok ikan lemuru di daerah tersebut menjadi berlimpah. Angin muson timur adalah angin yang bertiup dari Australia

Barat menuju Indonesia yang terjadi pada bulan Juni hingga Agustus sedangkan angin muson barat terjadi pada bulan Desember hingga Februari (Sarrimbul dkk, 2017).



Gambar 2.2 Kurva Pertumbuhan ikan lemuru berdasarkan Von Bertalanfy

Ikan Lemuru memiliki berbagai ukuran dari yang kecil hingga yang paling besar yaitu >20 cm. Dari kurva diatas dapat diketahui bahwa ikan lemuru yang memiliki panjang 14 cm atau 13,78 cm berumur sekitar 0,8 tahun atau sekitar 10 bulan dengan berat 30,31 g. dan 10 cm untuk umur 0,5 tahun atau 6 bulan dengan berat sekitar 12,34 g. Ikan lemuru memiliki titik optimal pertumbuhan pada umur 2 tahun dengan panjang yaitu 19,7 cm. Setelah 2 tahun percepatan pertumbuhan ikan lemuru tidak secepat sebelumnya. Bahkan cenderung tetap dengan bertambahnya umur ikan (Wujdi dkk, 2012). Ikan lemuru mencapai ukuran matang gonad pada ukuran 16,5 cm ketika lemuru berumur 14,5 bulan dengan berat sekitar 48,03–51,99 g (Suwarso dan Wujdi, 2015).

2.2 Kontaminasi Logam Merkuri (Hg) Pada Ikan Lemuru

Kontaminasi logam Hg pada ikan lemuru terjadi karena Industri yang menggunakan logam merkuri tersebut tidak memperhatikan keselamatan lingkungan dengan cara tidak memperhatikan ketika membuang limbahnya ke lingkungan. Sumber utama kontaminasi logam berat yaitu udara dan air. Ikan Pada air yang tercemar akan mengamulasi logam merkuri yang ada pada air dan bagian sedimen (Media, 2008). Proses masuknya logam merkuri dalam tubuh ikan melalui insang dimana difusi air yang diserap oleh insang dan disebarkan keseluruh jaringan melalui darah sehingga terjadi penimbunan logam berat pada daging ikan (Fadillah, Rinidar, dan T. Armansyah TR, 2017).

Merkuri merupakan satu-satunya logam cair yang berada pada suhu kamar. Merkuri adalah unsur yang mempunyai nomor atom 80 dengan Massa atom relatif yaitu 200,59 g/mol. Merkuri mempunyai simbol Hg merupakan singkatan yang berasal dari bahasa Yunani yaitu *Hydrargyricum*, yang berarti cairan perak. Titik Beku logam ini yaitu -39°C dengan kecenderungan menguap lebih besar, mudah membentuk senyawa lain dengan logam yang lain menjadi logam campuran (Alloi/Amalgam). Merkuri di alam cenderung untuk membentuk metil merkuri. Logam merkuri merupakan konduktor yang baik yang mampu menghantarkan listrik yang rendah (Hadi, 2013). Logam ini terdapat pada perairan dan tanah terutama yang berasal dari aktivitas vulkanik, buangan limbah industri dan deposit alam. Merkuri selain digunakan sebagai bahan penambang emas, juga digunakan sebagai bahan untuk memproduksi gas klor, termometer, baterai, bahan tambal gigi dan masih banyak lagi (Sundari dkk, 2016).

Kontaminasi logam merkuri pada perairan dapat disebabkan oleh beberapa faktor di antaranya yaitu:

a. Kondisi Perairan

Kondisi perairan pada daerah Banyuwangi juga mempengaruhi kontaminasi dari logam merkuri ini. Ikan lemuru yang hidup pada perairan yang tercemar logam merkuri akan terakumulasi pada tubuh ikan. Beberapa penelitian menunjukkan adanya logam merkuri pada ikan lemuru seperti yang dilakukan oleh Mukharromah (2015) ditemukan konsentrasi merkuri pada ikan lemuru sebesar 124,40 ppb, Kerang hijau Oleh Nisa (2015) dengan konsentrasi merkuri sebesar 916,6 ppb dan pada ikan tuna dengan konsentrasi 108,613 ppb oleh Laili (2015).

Menurut buku yang ditulis oleh Sarrimbul dkk. (2017) Ikan lemuru banyak hidup diperairan selatan Jawa terutama pada perairan daerah Jawa Timur karena kondisi perairan yang cocok untuk tempat hidup ikan lemuru. Namun kondisi perairan yang baik tidak menjadi jaminan bahwa perairan tersebut terbebas dari kontaminasi logam terutama logam merkuri. Kontaminasi Hg dapat berasal dari letusan gunung berapi dan buangan limbah industri.

b. Aktivitas Gunung Berapi

Aktivitas gunung berapi ikut berkontribusi terhadap meningkatnya logam Hg pada perairan muncar. Menurut Mulyaningsih dkk. (2012) letusan abu vulkanik memberikan kontribusi logam merkuri sebesar 0,78-2,59 mg/Kg pada abu vulkaniknya. Posisi Kabupaten Banyuwangi yang dekat dengan gunung berapi yaitu Gunung Ijen dan Gunung Raung memungkinkan adanya pencemaran logam Hg. Gunung Raung terakhir kali mengalami erupsi dan meletus pada tahun 2015

(Yulianingsih, 2015) sedangkan Gunung Ijen terakhir kali meletus pada tahun 1999 dan mengalami erupsi terakhir pada maret 2018 (Badan Geologi ESDM, 2018)

c. Buangan Limbah Industri

Buangan limbah industri sangat mempengaruhi peningkatan pencemaran logam berat disekitar tempat hidup ikan lemuru. Air sungai yang mengalir menuju pantai sering kali tercemar oleh komponen anorganik salah satunya yaitu logam berat. Logam berat yang digunakan untuk melakukan keperluan sehari-hari tersebut secara langsung dan tidak langsung mencemari lingkungan dan sangat berbahaya bagi lingkungan (Silitonga dkk, 2015).

2.2.1 Toksisitas Logam Merkuri

Logam merkuri masuk kedalam tubuh melalui beberapa cara yaitu melalui kontak langsung, mengonsumsi ikan yang terkontaminasi dan menhitup uapnya. Inhalasi pada logam merkuri sangat berbahaya karena penyerapan merkuri dalam tubuh melalui jalur pernafasan dan masuk kedalam paru-paru dan mempunyai akumulasi tertinggi yaitu 80%. Hal ini terjadi karena merkuri yang larut dalam lipid (Sumantri dkk, 2014). Merkuri masuk kedalam tubuh melalui makanan yang kita konsumsi. Ketika metil klorida masuk kedalam tubuh, hati akan melakukan biotransformasi pada senyawa merkuri klorida menjadi senyawa yang tidak berbahaya. Namun hal tersebut membuat sel pada organ hati mengalami kerusakan dan menyebabkan hepatotoksitas. Ion merkuri tersebut memberikan efek toksik pada tubuh melalui inhibisi enzim, sifat korosifnya dan presipitasi. Faktor akumulasi senyawa merkuri juga dapat menyebabkan kerusakan sel hati yaitu sifat toksisitasnya, dan reaksi yang ditimbulkan oleh zat hepatotoksik (Johan, 2017).

Kandungan logam berat pada biota air akan bertambah seiring dengan berjalannya waktu karena sifatnya yang bioakumulatif. Kandungan logam berat bertambah dalam jaringan seiring dengan kenaikan konsentrasi logam pada air lingkungannya karena jumlah absorpsi logam dalam air biasanya proporsional. Dimana kenaikan kandungan logam berat dalam jaringan sesuai dengan kenaikan kandungannya di dalam air (Fadillah dkk, 2017).

2.3 Metode Destruksi Basah Tertutup Dan Variasi Zat Pendestruksi

Penentuan dan Analisa kadar logam dapat dilakukan dengan cara destruksi kering dan destruksi basah, baik secara tertutup ataupun tidak. Destruksi basah merupakan perombakan sampel menggunakan asam kuat baik tunggal maupun campuran yang kemudian sampel dioksidasi (destruksi) menggunakan pelarut zat oksidator. Zat oksidator yang dapat digunakan yaitu asam sulfat, asam nitrat, asam peroksida, asam klorida dan sebagainya. Destruksi yang baik ditandai dengan perubahan larutan menjadi jernih saat terdestruksi. Larutan jernih sebagai penanda semua konstituen atau sampel telah terlarut sempurna dan senyawa organik sampel telah terombak dengan baik. Senyawa garam yang terbentuk dari proses destruksi merupakan senyawa yang stabil (Kristianingrum, 2012).

Salah satu destruksi basah tertutup yaitu destruksi *microwave*. Destruksi *Microwave* banyak digunakan karena metode ini merupakan metode destruksi tertutup sehingga tidak ada logam yang hilang dengan adanya penguapan pada destruksi terbuka. Kelebihan destruksi *microwave* lainnya yaitu waktu pendestruksi yang cepat yang hanya membutuhkan waktu sekitar 30 menit serta kualitas destruksinya tinggi. Sedangkan untuk destruksi menggunakan *refluks* membutuhkan waktu yang sangat lama untuk mendestruksi yaitu 8-24 jam.

Peningkatan suhu dan tekanan juga pH yang rendah menyebabkan proses destruksi atau dekomposisi termal menjadi lebih cepat. Ketika sampel ditambahkan zat pendestruksi berupa asam dan dipanaskan dalam waktu yang sama dengan suhu yang kontinu, maka sampel akan meninggalkan elemen logam dalam larutan asam dengan bentuk senyawa anorganik. Destruksi yang sempurna ditandai dengan berubahnya warna larutan menjadi bening. Pada *microwave* energi gelombang mikro ditransfer langsung ke semua molekul larutan secara bersamaan tanpa memanaskan vessel. Sehingga, suhu didih tercapai di seluruh larutan dengan cepat. Berbeda dengan metode reluks atau destruksi asam terbuka, bejana terlebih dahulu menyerap panas kemudian mentransfer panas ke larutan dengan cara konduksi, sehingga larutan akan menguap (Skoog *et al.*, 2004). Menurut Paz *et al.* (1997) penggunaan metode destruksi *microwave* dapat menentukan kadar merkuri pada ikan dan memberikan batas deteksi yang lebih rendah daripada metode konvensional (*refluks*). Selain itu keuntungan utama metode ini dibandingkan dengan metode konvensional yaitu waktu destruksi yang lebih, resiko kehilangan analit lebih rendah akibat volatiliasi dan penggunaan volume reagen yang lebih kecil sehingga mengurangi resiko kontaminasi.

Penelitian yang menganalisis logam merkuri menggunakan destruksi *microwave* dengan variasi zat pendestruksi sebagai berikut:

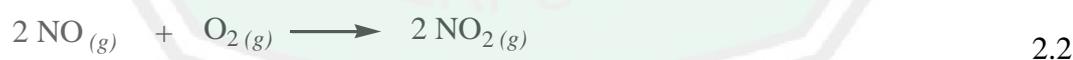
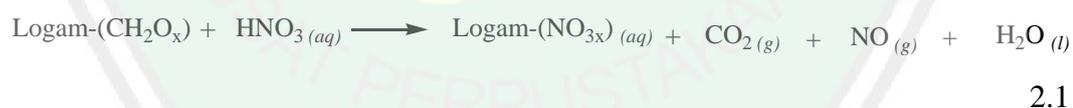
1. HNO₃

Asam Nitrat sering digunakan sebagai zat pendestruksi karena termasuk asam kuat (Amaral *et al.*, 2016). Penggunaan zat pendestruksi tunggal ini dikarenakan menurut Amaral *et al.* (2016) zat pendestruksi yang baik yaitu menggunakan zat pendestruksi tunggal. Hasil penelitian (Amaral *et al.*, 2016)

menggunakan *microwave* dengan variasi zat pendestruksi HNO_3 yang dapat mendestruksi dengan baik. Konsentrasi logam Hg pada ikan hiu (*Dogfish Liver*) yaitu 0,51 ppm. Konsentrasi ini lebih tinggi dibandingkan dengan variasi zat pendestruksi lainnya. HNO_3 sering digunakan dalam pelarutan logam atau destruksi kerana dapat melarutkan banyak logam kecuali Ga, Al, Cr, Th yang larut dengan lambat.

Penggunaan asam nitrat dapat melarutkan logam merkuri pada konsentrasi yang tinggi ataupun konsentrasi rendah. Selain itu penggunaan larutan lain seperti HCl akan menurunkan hasil kali kelarutan pada merkuri. Merkuri yang bereaksi dengan HCl memiliki hasil kali kelarutan yang rendah yaitu sekitar $3,5 \times 10^{-18}$. Sehingga penggunaan HCl kurang menguntungkan untuk destruksi merkuri, kerana merkuri akan mengendap (Svehla, 1990).

Logam Hg di destruksi kedalam bentuk garamannya (Rodiana dkk, 2013). Reaksi yang terjadi dalam *microwave* yaitu (Muller *et al.*, 2014 ; Wulandari dan Sukei, 2013):



2. HNO_3 : H_2O_2

Campuran Asam Peroksida digunakan sebagai katalis dan untuk memaksimalkan proses destruksi selain menggunakan asam nitrat. Asam nitrat mudah larut dalam air. Penelitian yang dilakukan oleh (Tyutyunnik *et al.*, 2013)

didapat konsentrasi logam merkuri pada sampel ikan yaitu sebesar $0,048 \pm 0,004$ ppm menggunakan metode *microwave* dengan larutan $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (2:1). Menurut (Demirel *et al.*, 2008) campuran HNO_3 dan H_2O_2 sebagai pelarut pendestruksi merupakan campuran yang dapat mendestruksi dengan baik dibandingkan dengan campuran asam yang lain. Penelitian yang dilakukan oleh (Rahman dkk, 2016) didapat kandungan merkuri dalam ikan nila sebesar 0,0062 ppm dengan menggunakan variasi pendestruksi HNO_3 dan H_2O_2 dengan perbandingan 4:1 sebanyak 10 ml. Selain itu campuran $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (1:1) menghasilkan kadar merkuri pada sampel ikan hiu biru sebesar $1,9 \pm 0,1$ ppm (Augelli *et al.*, 2007), sedangkan penelitian yang dilakukan Popovic *et al.* (2018) didapat merkuri dalam ikan tuna sebesar 0,068 ppm perbandingan (10:3).

Larutan asam nitrat (HNO_3) berfungsi untuk memutus ikatan senyawa kompleks organo logam. Menurut Araujo *et al.* (2008) penambahan asam peroksida menghasilkan larutan yang tidak meninggalkan sisa padatan organik. Sedangkan menurut Tanase dkk. (2004) penggunaan H_2O_2 dapat mengurangi kandungan karbon pada hasil destruksi. Penambahan H_2O_2 juga berfungsi sebagai reagen pengoksidasi yang dapat menyempurnakan reaksi. Berikut reaksi merkuri dengan asam peroksida (Masterton, 1990):



Sampel organik atau ikan lemuru didekomposisi menjadi komponen anorganik, bahan organik yang terdekomposisi akan berubah menjadi CO , CO_2 , N_2 dan masih banyak lagi. Suhu tinggi pada sistem menyebabkan asam nitrat terdekomposisi menjadi bermacam-macam oksida yang mudah larut dalam air

seperti NO, NO₂, N₂O, NO⁻, N₂O₃, N₂O₄, N₂O₅, N₂O₆, HNO dan HNO₂ dengan oksidasi tertetu (Rodiana dkk, 2013).



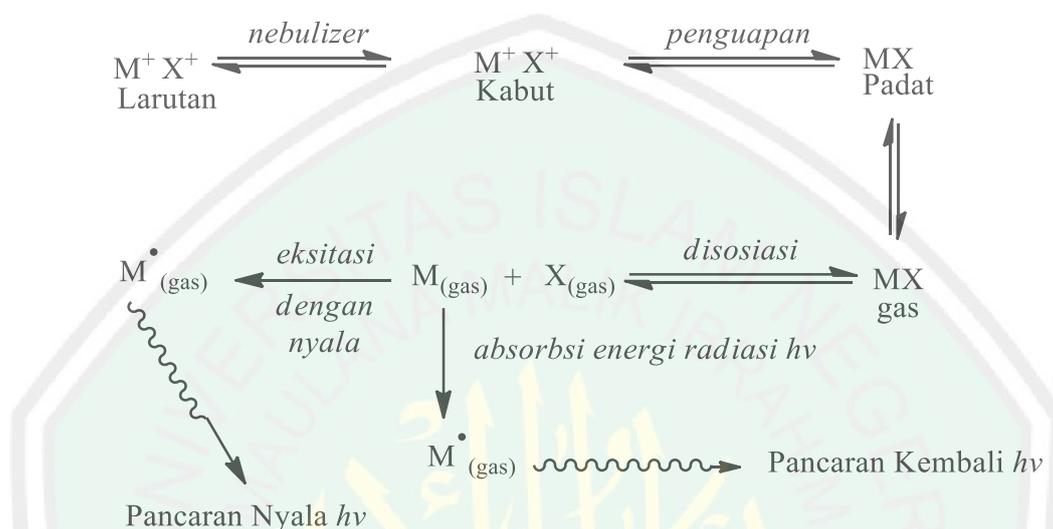
2.6

Asam peroksida yang digunakan dalam proses destruksi akan teroksidasi menjadi H₂O dan O₂. H₂O akan bereaksi dengan asam nitrat. Gas NO yang dihasilkan ketika proses destruksi bereaksi dengan oksigen menjadi NO₂, gas NO₂ menandakan bahan organik telah didestruksi oleh asam nitrat. HNO₃ mendestruksi bahan organik yang tersisa menjadi HNO₂, NO₂ dan NO. proses ini terus berulang hingga semua bahan organik terdekomposisi atau teroksidasi sempurna (Wulandari dan Sukei, 2013). Selain itu kombinasi reagen tidak hanya digunakan untuk melepas merkuri dari sampel, namun dapat juga digunakan untuk membuat larutan tidak menjadi volatile. Adanya pelarutan anion bersamaan dengan lingkungan oksidasi menyebabkan logam merkuri tidak mudah menguap (Kristian *et al.*, 2015).

2.4 Analisa Hg secara Spektroskopi Serapan Atom

Spektroskopi serapan atom merupakan metode yang banyak digunakan untuk menganalisa unsur-unsur logam. Kemampuan alat ini tidak dilakukan dengan cara mengandalkan bentuk molekul dari logam atau sampel yang digunakan, melainkan kemampuannya yang dapat menganalisa sampel melalui penyerapan cahaya oleh atom-atomnya dalam bentuk gas. Metode SSA digunakan karena kelebihan analisa dalam sensitivitas dan selektivitas yang baik untuk menganalisa merkuri pada sampel ikan lemuru (Armin dkk, 2013).

Spektroskopi serapan atom ini didasarkan pada prinsipnya yang menyerapa atom-atom dalam bentuk gas. Skema kerja umum dari metode SSA yaitu (Jeffery *et al.*, 1988):



Gambar 2.3 Prinsip atomisasi Spektroskopi

Proses atomisasi dari spektroskopi serapan atom yaitu pertama *nebulizer* akan mencampur bahan bakar asetilen dan oksigen sehingga menciptakan tekanan. Tekanan ini menyebabkan sampel masuk (tersedot) kedalam nebulizer dan mengubahnya menjadi aerosol akibat dari *glass bead* dan *mixing paddle* dalam *chamber* yang menciptakan campuran heterogen dari bahan bakar ditambah oksidan sehingga aerosol tersuspensi. Sampel dalam bentuk aerosol ini mengalir ke kepala burner sedangkan sampel dalam bentuk cairan akan terkumpul pada bagian bawah nebulizer dan menuju ke tempat pembuangan. Nyala memecah matriks analit sampel dan mengubahnya dalam bentuk atom. Monokromator kemudian mengisolasi sinar dari analit dan memisahkannya dari sinar yang lainnya yang ditimbulkan oleh nyala. Sinar tersebut kemudian dibaca oleh detektor dan mengubahnya dalam bentuk sinyal listrik (Van Loon, 1980).

Prinsip kerja dari spektrofotometer serapan atom tanpa nyala pembakaran yaitu dimana pengisapan cairan sampel yang mengandung unsur merkuri dilakukan dengan menggunakan pipa pengisap yang dihubungkan dengan pompa peristaltik yang dapat mengisap sampel. Kabut uap merkuri tersebut akan didorong oleh gas argon menuju sel penyerapan SSA dan berinteraksi dengan sinar yang dari lampu katoda merkuri (*Hallow Cathode Lamp*). Interaksi tersebut berupa serapan sinar yang besaran nilainya dapat dilihat melalui layar monitor SSA sebagai absorbansi. Jumlah serapan sinar akan sebanding dengan kadar merkuri yang ada dalam sampel yang terdeteksi dalam satuan ppb (Rohaya dkk, 2017).

Konsentrasi dari sampel dapat diketahui dari absorbansinya, hubungan antara konsentrasi dan absorbansi dijelaskan dalam hukum Lambert-Beer. Hukum Lambert ini berbunyi “Apabila sinar monokromatik melewati medium transparan maka intensitas sinar diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.” Sedangkan Hukum Beer berbunyi “Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut” (Underwood, 1986). Sehingga dari kedua hukum ini didapat suatu rumus yaitu (Khopkar, 2014):

$$A = a \cdot b \cdot c = -\log \frac{I_o}{I_t} = -\log T$$

Keterangan:

I_o = intensitas sinar

I_t = intensitas sinar yang diteruskan

A = Absorbansi

a = absorbtivitas molar (mol/liter)

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar (ppm)

b = Panjang medium (nm)

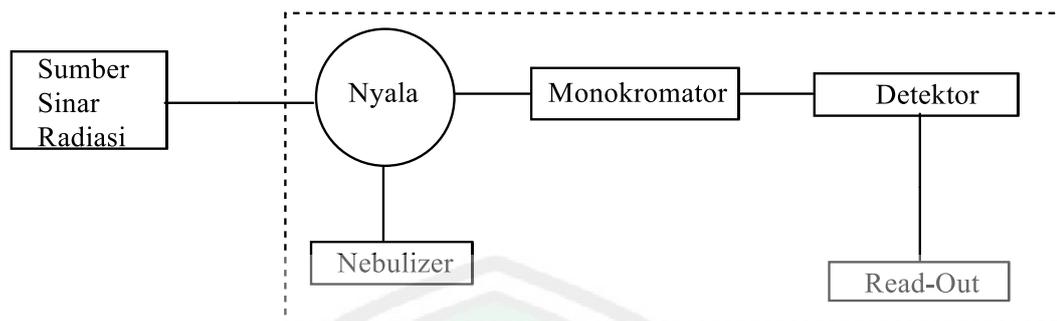
T = Transmittan

Sehingga dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya yang diserap oleh atom akan berbanding lurus atau sebanding dengan konsentrasi dari atom tersebut (Underwood, 1986).

Konsentrasi logam Hg pada sampel dapat diketahui melalui metode kurva standar. Kurva standar dibuat dengan cara membuat larutan standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansinya diukur menggunakan SSA. Hasil absorbansi nantinya akan dibuat grafik kurva baku standar dengan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansinya. Garis lurus dinamakan dinamakan slope. Kurva standar akan memberikan persamaan garis $y = ax \pm b$, dimana persamaan regresi ini digunakan untuk menentukan xintersep yaitu nilai x pada $y = 0$. Analisis regresi linier menunjukkan korelasi (R) yang digunakan untuk mengetahui hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi (Sulistyaningrum dkk, 2014). Konsentrasi sampel dapat diketahui dengan diinterpolasi ke dalam kurva standar atau dimasukkan nilai absorbansi sampel ke dalam persamaan regresi linier (Amrulloh., 2017).

2.5 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom adalah alat yang digunakan untuk menentukan konsentrasi suatu logam yang didasarkan pada penyerapan cahaya oleh atom sehingga dapat diketahui konsentrasi dari logam yang dianalisa dari absorbansi sampel tersebut (Armin dkk, 2013). Adapun gambar instrument Spektroskopi Serapan Atom yaitu (Jeffery *et al.*, 1988):



Gambar 2.4 Instrumen Spektroskopi Serapa Atom

a. Sumber Sinar Radiasi

Sumber sinar radiasi yang dipakai adalah sinar *lampu hollow cathode lamp*. Katode ini berbentuk silinder berongga. Sedangkan elektrodanya dibungkus dalam borosilikat atau wadah kuarsa yang mengandung gas inert (Jeffery *et al.*, 1988).

b. Nebulizer

Nebulizer berfungsi untuk mengubah larutan menjadi bentuk aerosolnya ketika pembakaran.

c. Monokromator

Monokromator digunakan untuk memisahkan cahaya yang masuk menuju detektor sesuai dengan panjang gelombang yang diinginkan yang dihasilkan dari lampu katoda berongga.

d. Detektor

Detektor digunakan mengubah intensitas cahaya yang diterima melalui monokromator menjadi sinyal listrik.

e. Amplifier

Amplifier digunakan untuk menguatkan sinyal yang diterima dari detektor sehingga dapat terbaca dengan baik oleh alat pencatat hasil (*Read Out*).

f. Read Out

Read Out merupakan alat pembaca signal yang diterima dari detektor untuk mencatat hasil pembacaan. Pembacaan dapat berupa emisi ataupun absorbansi. Berikut merupakan kondisi optimum untuk analisa logam Merkuri (Hg) menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) kondisi optimum yang digunakan untuk analisa logam Hg dengan Spektrofotometer Serapan Atom .

Tabel 2.1 Kondisi Optimum Analisa Logam Merkuri

Parameter	Satuan	Merkuri
Panjang Gelombang	Nm	253,7
Kuat Arus Lampu Katoda	μ A	4
Lebar Celah	nm	0,5
Tinggi Burner	Mm	-

2.5.1 Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD)

Spektroskopi Serapan Uap Dingin (SSA-UD) adalah teknik analisis spektroskopi serapan atom yang menggunakan uap dingin untuk memasukkan sampel. Metode SSA-UD merupakan metode yang cukup baik karena kesalahan analisis kurang dari 1%. Metode SSA-UD memiliki beberapa keunggulan, antara lain kepekaan, ketelitian dan ketepatan yang tinggi serta dapat mendeteksi konsentrasi sampel dalam satuan *part per billion*. SSA-UD menggunakan tambahan alat yang disebut VGA (*Vapour Generation Accessories*) karena sifat merkuri yang memiliki tekanan uap cukup tinggi pada suhu kamar sekitar 0,16 Pa pada suhu 293 K. Uap yang terbentuk dengan menggunakan VGA lebih stabil dan monokromatik. Dengan stabilnya uap akan membuat merkuri terabsorpsi tanpa menggunakan nyala atau teknik atomisasi lainnya (Mukharromah, 2015).

Flameles menggunakan VGA penambahan SnCl_2 ataupun NaBH_4 pada penentuan merkuri dengan konsentrasi rendah. Teknik ini membuat ikan lemuru yang mengandung Hg dapat ditentukan kadarnya dengan cara atomisasi. Merkuri dalam contoh berbentuk Hg^+/HBH . Reduktor kuat SnCl_2 dalam suasana asam mampu mereduksi sekitar 95% digunakan dalam metode ini sehingga Hg dalam sampel akan diubah menjadi Hg netral (Hg^0) yang mudah menguap. Uap merkuri akan tereduksi oleh SnCl_2 dan terbawa oleh aliran udara yang akan terdeteksi oleh detektor. Ketika atom Hg dilewatkan melalui lampu katoda, atom-atom merkuri akan menyerap energi sehingga berada dalam keadaan eksitasi. Pengurangan dari intensitas radiasi yang diberikan akan sebanding dengan jumlah atom pada keadaan dasar yang menyerap energi tersebut, dengan mengukur intensitas radiasi yang diteruskan atau yang diserap maka konsentrasi merkuri (Hg) dapat diketahui dengan membandingkan spektra standar (Samin, 2007). Berikut reaksinya (Jeffery *et al.*, 1988):



2.6 Analisa *One Way* ANOVA

Analisis varians (*analysis of variance*) atau analisa *one way* ANOVA merupakan metode analisa secara statistika yang masuk dalam cabang statistika inferensi. Uji anova menggunakan uji F karena sampel yang digunakan lebih dari 2 sampel. Anova yang digunakan untuk analisis multivariabel. Teknik analisis komparatifnya menggunakan tes atau uji “t” yaitu dengan cara mencari perbedaan yang signifikan diantara dua mean. Teknik ini efektif bila sampel yang digunakan

lebih dari dua variable. Untuk itu digunakan teknik anova untuk mengatasi hal pada tes “t”.

One way anova (anova satu arah) atau ANNOVA digunakan ketika variable yang digunakan satu variable terikat dan satu variable bebas. Analisa menggunakan uji annova dapat diperoleh kesimpulan:

1. Jika H_0 ditolak dan $F_{hitung} > F_{tabel}$, maka faktor tersebut berpengaruh terhadap suatu variable.
2. Jika H_0 diterimakan $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka faktor tersebut tidak berpengaruh terhadap suatu variable.

Angka % *Recovery* lebih dari 100% dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor. Pertama yaitu faktor ketidakpastiaan, dimana ketidakpastian dari kurva standar yaitu kalibrasi penggunaan alat ataupun dalam pembacaan skala. Faktor temperature dapat berperan dalam kesalahan kalibrasi dan menyebabkan kesalahan atau ketidakpastian baku. Beberapa faktor yang menyebabkan ketidakpastian dalam penelitian yaitu:

1. Penimbangan yang kurang teliti.
2. Ekstraksi suatu analit yang tidak atau kurang efisien.
3. Penggunaan alat seperti pipet, labu takar dan buret tidak sesuai atau benar.
4. Penggunaan alat pengukur yang tidak terkalibrasi.
5. Kegagalan dalam analisa blanko dan
6. Pemilihan kondisi pengukuran yang menyebabkan kerusakan dari sampel ataupun analit.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu Dan Lokasi Penelitian

Penelitian ini dilakukan menjadi dua kegiatan diantaranya pengambilan sampel di Muncar dan analisis logam merkuri di laboratorium. Pengambilan sampel dilakukan pada bulan Maret dan April 2018 dengan berbagai ukuran. Hal ini dilakukan untuk mengetahui konsentrasi logam merkuri pada ikan lemuru berdasarkan seberapa ukurannya sehingga kita dapat mengetahui kontaminasi logam Hg pada ikan lemuru. Analisis kimia dilakukan di Laboratorium Kimia Analitik Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang pada bulan Maret hingga Mei 2018.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian kali ini yaitu seperangkat alat instrument Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin varian Spektra AA 240 yang dilengkapi dengan lampu katoda Hg, seperangkat alat destruksi *microwave*, seperangkat alat gelas, spatula, neraca analitik, botol semprot, lemari asam, bola hisap, mortar dan alu.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya ikan lemuru dengan beberapa ukuran dari wilayah Muncar, Larutan stok $\text{Hg}(\text{HNO}_3)_2$, HNO_3 p.a., H_2O_2 p.a., aquabides, aquademin, reagen SnCl_2 dan HCl.

3.3 Rancangan Penelitian

Proses penelitian ini dilakukan dengan cara pembuatan larutan kurva standar Hg. Kurva baku standar untuk logam merkuri (Hg) dibuat dengan cara membuat larutan logam merkuri dengan berbagai konsentrasi. Larutan kemudian diukur absorbansinya menggunakan SSA-UD. Kurva baku standar didapat dengan cara menghubungkan absorbansi dan konsentrasi logam merkuri kedalam kurva sehingga diperoleh persamaan $y = ax + b$.

Langkah berikutnya penentuan zat pendestruksi terbaik dengan menggunakan destruksi *microwave*. Variasi pelarut yang digunakan yaitu HNO_3 , $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (1:1) $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (2:1), $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (4:1) dan $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$ (10:3). Waktu destruksi dilakukan selama 30 menit dengan suhu destruksi yaitu 130°C selama 10 menit, kemudian dinaikkan pada suhu 150°C selama 5 menit dan terakhir dinaikkan menjadi 180°C selama 15 menit. Kemudian dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD). Langkah terakhir dari analisis logam ini yaitu menganalisis logam merkuri (Hg) menggunakan larutan pendestruksi terbaik pada variasi ukuran ikan lemuru menggunakan destruksi *microwave* dan dianalisis menggunakan instrumen SSA-UD pada panjang gelombang 253,7 nm. Penentuan larutan pendestruksi terbaik dilakukan dengan cara uji *One Way Anova*.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu :

1. Pengambilan Sampel di Muncar.
2. Preparasi Sampel
3. Destruksi Sampel

4. Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD).
5. Pembuatan kurva standar larutan Hg.
6. Penentuan larutan pendestruksi terbaik
7. Penentuan kadar Logam Hg pada ikan lemuru.
8. Analisis Data.

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Pengambilan Sampel

Sampel ikan lemuru diperoleh dari TPI Muncar dengan berbagai ukuran. Ukuran ikan lemuru yaitu 11-15 cm, 15-18 cm dan >18. Kemudian timbang ikan tersebut.

3.5.2 Preparasi Sampel

Ikan dipisahkan dari bagian kepala. Kemudian dibersihkan dari duri, sirip, tulang dan sisik-sisiknya. Setelah itu ikan dimasukkan dalam lemari pendingin (*Freezer*).

3.5.3 Destruksi Ikan Lemuru

Ikan lemuru yang telah dipreparasi ditimbang sebanyak 0,5 gram (campuran berbagai ukuran) lalu dimasukkan dalam destruksi *microwave* dengan ditambahkan larutan pendestruksi (table 3.1) sebanyak 10 mL seperti tabel 3.1 dengan waktu pemanasan selama 30 menit dengan rincian suhu 130 °C selama 10 menit, 150 °C selama 5 menit dan 180 °C selama 15 menit. Kemudian didinginkan, disaring menggunakan kertas *Whatman* no.42 dan dianalisis kadar Logam Merkuri menggunakan Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin. Percobaan ini diulang

selam 3 kali (triplo) pada masing-masing ukuran. Sehingga analisis ini dilakukan sebanyak 15 kali (Sineo, 2010).

Variasi larutan kemudian dianalisis menggunakan metode *one way anova* untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh pemberian variasi larutan terhadap konsentrasi Logam Merkuri (Hg) yang didapat saat analisis menggunakan Spektroskopi Serapan Uap Dingin (SSA-UD).

Tabel 3.1 Volume perbandingan zat pendestruksi

Larutan Pendestruksi	Kadar Logam Merkuri (Hg) PPb		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
HNO ₃			
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (1:1)			
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (2:1)			
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (10:3)			
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (4:1)			

3.5.4. Penentuan Kadar Logam Merkuri

1. Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin

Pengaturan alat ini meliputi pengaturan panjang gelombang untuk Logam Merukri (Hg) yaitu 253,7 nm , laju alir 2,0 L/menit, laju alir udara yaitu 10,0 L/menit, lebar celah 0,5 nm dan kuat arus lampu katoda yaitu 4,0 mA dan lampu katoda Hg (Varian,2010).

2. Pembuatan Larutan Standar

Kurva standar untuk logam Hg dibuat dengan cara membuat larutan stok Hg 1000 ppm yaitu garam Hg(HNO₃)₂ sebanyak 16,182 mg yang dilarutkan dalam labu 10 mL. Selanjutnya dipipet 1 mL larutan Hg 1000 ppm kedalam labu ukur 100 ml,

sehingga didapat konsentrasi Hg sebanyak 10 ppm. Larutan Hg kemudian diencerkan hingga konsentrasi 100 ppb dalam labu ukur 100 mL menggunakan larutan HNO₃ 0,1 N.

Larutan standar Hg dengan konsentrasi 10 ppb, 20 ppb, 30 ppb, 40 ppb dan 50 ppb dibuat dengan cara memindahkan 1ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml dan 5 ml dalam labu ukur 10 mL. Setiap labu kemudian diencerkan menggunakan aquabides hingga tanda batas.

3. Penentuan Kadar Logam Merkuri (Hg) Dalam Sampel Ikan Lemuru Dengan Variasi Ukuran.

Masing - masing berbagai ukuran ikan lemuru ditimbang sebanyak 0,5 gram kemudian dimasukkan dalam tabung *microwave* dan ditambahkan dengan larutan pendestruksi terbaik sebanyak 10 mL setelah itu dipanaskan menggunakan *microwave* selama 30 menit. Suhu yang digunakan yaitu pada suhu 130°C, 150°C dan 180°C dengan daya sebesar 400–1000 W. Hasil destruksi kemudian didinginkan dalam *microwave* hingga mencapai suhu ruang dan ditutup menggunakan plastik agar larutan tidak menguap. Larutan kemudian di ukur konsentrasi logam merkuri menggunakan SSA-UD dengan panjang gelombang 253,7 nm. Perlakuan ini dilakukan selama tiga kali (triplo).

Tabel 3.2 Kadar Logam Merkuri (Hg) pada masing-masing sampel

Sampel	Konsentrasi Logam merkuri		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Ukuran 1 (11-15cm)			
Ukuran 2 (15-18 cm)			
Ukuran 3 (18-22 cm)			

3.6 Analisis Data

3.6.1 Analisis Kadar Merkuri Pada Ikan Lemuru

Metode kalibrasi banyak digunakan untuk mengetahui konsentrasi suatu zat dengan cepat. Hasil absorpsi dari larutan standar merkuri (Hg) metode kalibrasi diplotkan menjadi garis linier. Uji linearitas didapat dari metode pengukuran kurva kalibrasi standar. Absorbansi yang didapat dari pengukuran absorbansi menggunakan SSA-UD yang diplotkan menjadi persamaan garis $y = ax + b$, selanjutnya dianalisis regresi linearnya sehingga diperoleh koefisien korelasi (r) yang menunjukkan linearitasnya. Nilai linearitas yang baik adalah $0,995 \leq r \leq 1$ sesuai dengan nilai korelasi minimal SNI 6989.8:2009.

Berdasarkan hubungan konsentrasi dan absorbansi pada data kurva kalibrasi standar dapat diketahui nilai *slope* dan *Intersep*. Konsentrasi sampel ini dapat diketahui dengan cara memasukkan sampel dalam persamaan linier $y = ax + b$

Dimana:

y = absorbansi / luas daerah di bawah kurva

x = konsentrasi (ppb)

a = *intersep* / titik potong pada sumbu Y

b = *slope*

Berdasarkan data regresi linier, kita dapat mengetahui kadar logam merkuri dengan rumus:

$$[\text{Hg}] = \frac{V_p \times b}{w}$$

Dimana:

V_p = Volume Pengenceran (L)

b = Konsentrasi yang terbaca instrument ($\mu\text{g/L}$)

W = berat sampel (Kg)

$[Hg]$ = Kadar Hg (ppb)

3.6.2 Analisis Statistik

Analisis data menggunakan *one way anova* untuk mengetahui pengaruh variable bebas (Jenis Pendestruksi dan Jenis Sampel) terhadap kadar Logam Merkuri (Hg) sehingga kesimpulan yang didapat sebagai berikut:

1. Penentuan Zat Pendestruksi Terbaik

- Jika H_0 ditolak maka ada pengaruh terhadap penentuan kadar Logam Merkuri (Hg) dengan variasi zat pendestruksi.
- Jika H_0 diterima maka tidak ada pengaruh terhadap penentuan kadar Logam Merkuri (Hg) dengan variasi zat pendestruksi.

2. Penentuan kadar Merkuri pada masing-masing sampel

- Jika H_0 ditolak maka ada pengaruh terhadap penentuan kadar Logam Merkuri (Hg) dengan variasi ukuran.
- Jika H_0 diterima maka tidak ada pengaruh terhadap penentuan kadar Logam Merkuri (Hg) dengan variasi ukuran.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian dilakukan untuk mengetahui jenis larutan pendestruksi yang baik pada ikan lemuru (*Sardinella lemuru*) menggunakan destruksi *microwave* yang akan digunakan untuk menentukan kadar merkuri di daerah Muncar, Kabupaten Banyuwangi. Jenis larutan pendestruksi terbaik digunakan untuk menentukan kadar merkuri pada beberapa jenis ikan lemuru sesuai dengan kelompok ukuran. Kadar merkuri pada ikan lemuru dapat diketahui menggunakan spektroskopi serapan atom uap dingin (SSA-UD). Uap dingin digunakan karena sifat atom merkuri yang mudah menguap pada suhu kamar, sehingga proses atomisasi tidak dapat menggunakan pembakaran melainkan menggunakan reaksi reduksi dan oksidasi. Merkuri yang berupa ion Hg^{2+} akan direduksi menjadi atom Hg (Hg^0) menggunakan pereduksi kuat yaitu SnCl_2 .

4.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel

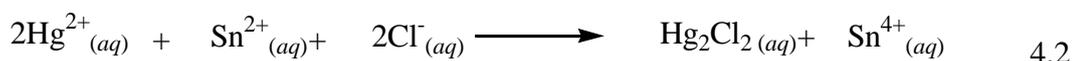
Sampel ikan lemuru (*Sardinella lemuru*) diambil di Kecamatan Muncar Banyuwangi. Sampel diklasifikasikan berdasarkan ukuran ikan. Klasifikasi menjadi ukuran 11-15 cm, 15-18 cm dan lebih dari 18 cm. Sampel ikan diambil dari nelayan yang baru datang melaut, sehingga ikan yang didapat masih segar. Ikan lemuru yang didapat berkisar 11 – 22 cm dengan berat 11,64 - 81,7281 g. Sampel tersebut dibersihkan dari tulang, sisik, dan organ dalamnya agar daging ikan yang digunakan lebih tahan lama. Sampel yang telah dibersihkan disimpan dalam lemari es agar sampel tetap segar. Sampel untuk pengujian larutan pendestruksi terbaik diambil dari berbagai kelompok ukuran kemudian dihaluskan menggunakan mortar

dan dicampur, tujuannya agar mewakili keseluruhan jenis sampel. Untuk penentuan kadar logam merkuri pada tiap-tiap ikan lemuru menggunakan ikan lemuru yang telah dipreparasi tanpa dilakukan pencampuran antara satu ukuran dengan ukuran yang lainnya.

4.2 Pembuatan Kurva Standar Merkuri

Larutan stok $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ dibuat dengan konsentrasi sebesar 1000 ppm. Larutan stok $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm diencerkan menjadi 10 ppm. Kemudian diencerkan kembali menjadi konsentrasi 100 ppb. Kurva standar merkuri dibuat dengan 6 rentang konsentrasi yaitu 0, 10, 20, 30, 40 dan 50 ppb dari hasil pengenceran larutan $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 100 ppb tersebut. Larutan blanko (0 ppb) adalah campuran HNO_3 5 % dan HCl 5% dengan perbandingan 1:1. Analisis Hg dengan SSA-UD dilakukan tanpa menggunakan pembakaran, melainkan menggunakan agen pereduksi yaitu SnCl_2 . Selain itu, operasional pengukuran menggunakan lampu katoda merkuri dengan kuat arus 4 ampere, lebar celah 0,5 nm dan pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 253,7 nm.

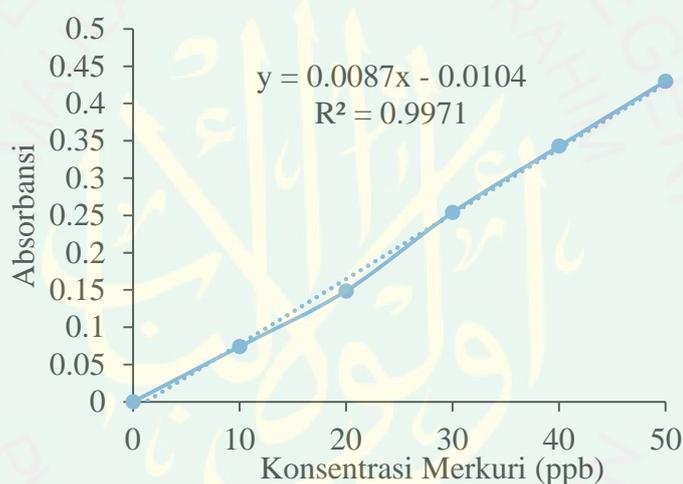
Reaksi yang terjadi pada saat proses pengukuran menggunakan SSA-UD adalah sebagai berikut :



$\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ akan mengalami ionisasi dalam larutannya (reaksi 4.1), kemudian larutan Hg^{2+} bercampur dengan SnCl_2 yang mereduksi Hg^{2+} menjadi atom Hg^0 , sehingga

dihasilkan atom merkuri tanpa proses pembakaran. Proses pembakaran tidak dapat dilakukan sebab merkuri yang dibakar pada suhu tinggi akan mudah menguap sehingga atom merkuri tidak dapat dideteksi.

Hasil absorbansi pada tiap konsentrasi dicatat dan dibuat kurva standar. Kurva standar menyatakan hubungan antara absorbansi (sumbu X) dengan konsentrasi (Sumbu Y) dimana berdasarkan hukum Lambert Beer absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasi. Kurva yang diperoleh dari pengukuran kurva standar merkuri pada gambar 4.1.



Gambar 4.1 Kurva standar merkuri

Berdasarkan kurva pada gambar 4.1 dapat diketahui persamaan hubungan konsentrasi merkuri dengan absorbansinya adalah $y = 0,0087x - 0,0104$. Nilai R^2 yang didapat yaitu 0,9971 yang menunjukkan bahwa linieritas dari konsentrasi merkuri dalam hubungannya dengan absorbansi. Sehingga metode ini dapat secara sensitif mengukur konsentrasi merkuri berdasarkan absorbansi yang terukur. Persamaan garis tersebut digunakan untuk menentukan konsentrasi logam merkuri pada sampel ikan lemuru.

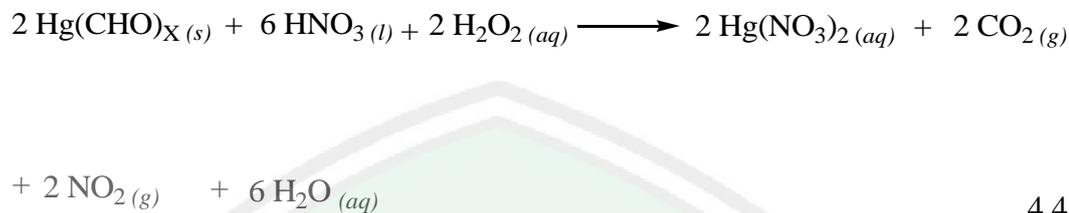
Hasil perhitungan LOD (Limit deteksi) yang didapat yaitu sebesar 0,05 ppb. Angka tersebut menunjukkan batas konsentrasi merkuri terkecil yang dapat di deteksi oleh instrumen. Ketika kadar merkuri lebih dari 0,05 ppb maka sinyal berasal dari sinyal merkuri. Namun, apabila konsentrasi merkuri yang diperoleh kurang dari 0,05 ppb maka sinyal yang diperoleh bukanlah sinyal dari merkuri, melainkan berasal dari pengotor atau pengganggu. Berdasarkan perhitungan LOQ didapat hasil sebesar 0,1 ppb. Sehingga walaupun konsentrasi terendah yang diukur adalah 10 ppb pada kurva standar, tetapi jika hasil konsentrasi merkuri lebih dari 0,1 ppb, maka pengukuran tersebut tetap dikatakan akurat.

4.3 Penentuan Larutan Pendestruksi Terbaik

Larutan pendestruksi menggunakan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran agar sampel terdestruksi, sehingga logam dapat larut sempurna dalam filtrat. Penelitian ini menggunakan asam nitrat dan asam peroksida pekat untuk mendestruksi sampel dengan berbagai macam komposisi. Komposisi yang digunakan adalah 1:0, 1:1, 2:1, 10:3 dan 4:1.

Prosedur proses destruksi dilakukan dengan mencampur sampel ikan lemuru yang telah dipreparasi menggunakan HNO_3 dan H_2O_2 sesuai dengan komposisi yang digunakan. Setelah dicampur, sampel didestruksi menggunakan *microwave*. Fungsi penggunaan *microwave* agar memaksimalkan proses destruksi, karena dengan energi yang diberikan dapat mempercepat dan memaksimalkan proses destruksi. Sampel yang telah ditambahkan larutan pendestruksi kemudian dipanaskan secara bertahapan, 10 menit pertama dengan suhu 130°C , kemudian 5 menit berikutnya suhu dinaikkan menjadi 150°C dan 15 menit terakhir dinaikkan lagi menjadi suhu 180°C . Suhu dan waktu dipakai berdasarkan buku panduan

microwave digestion Sineo (2010). Reaksi yang terjadi antara sampel dengan larutan pendestruksi yaitu:



Merkuri yang berikatan dengan matriks organik akan mengalami reaksi reduksi-oksidasi. HNO_3 dan H_2O_2 yang berperan sebagai oksidator mengalami reduksi. HNO_3 mengalami reduksi dari +5 menjadi +4. Begitu pula dengan H_2O_2 yang mengalami reduksi dari -1 menjadi -2. Logam Hg akan dirubah dalam bentuk garamnya menjadi bermuatan +2. Hasil yang didapat dari data SSA-UD dapat dilihat pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 Konsentrasi merkuri pada ikan lemuru variasi larutan.
Keterangan: Subset huruf pada gambar menunjukkan uji homogenitas

Adanya pengaruh penggunaan larutan pendestruksi yang berbeda terhadap proses destruksi dapat diketahui menggunakan analisis *one way anova*. Berdasarkan hasil perhitungan yang didapat pada lampiran 7 diperoleh bahwa nilai F hitung sebesar 81,974 dan nilai F tabel sebesar 4,60. Nilai F hitung > F table maka

H_0 ditolak atau terdapat pengaruh penggunaan variasi pendestruksi terhadap hasil destruksi pada setiap perlakuan.

Tabel 4.1 Hasil *one way anova* variasi larutan

	Sum of Squares	df	Mean Square	F hitung	Sig.	F table
Between Groups	3308,314	4	827,079	81,974	0,000	4,60
Within Groups	100,895	10	10,089			
Total	3409,209	14				

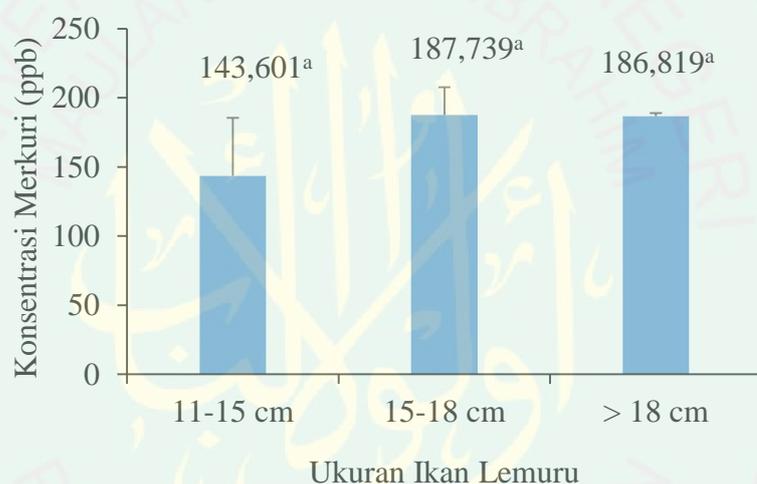
Tes Homogenitas pada gambar 4.2 menunjukkan bahwa komposisi HNO_3 : H_2O_2 dengan perbandingan 2:1 (ab) tidak memiliki beda nyata terhadap komposisi 1:0 (a) ataupun 1:1 (b). Namun, komposisi 1:0 (a) memiliki beda nyata terhadap 1:1 (b). Selain itu, komposisi 10:3 dan 4:1 (c) memiliki beda nyata terhadap 1:0 (a), 1:1 (b) ataupun 2:1 (ab) yang artinya konsentrasi pada komposisi 10:3 dan 4:1 (c) memiliki perbedaan yang signifikan terhadap komposisi lainnya. Dari data pada gambar 4.2 konsentrasi terbesar pada komposisi c yaitu pada perbandingan 4:1. Sehingga pendestruksi terbaik yang dapat digunakan dalam analisis logam merkuri pada ikan lemuru yaitu campuran HNO_3 dan H_2O_2 dengan perbandingan 4:1.

Komposisi HNO_3 dan H_2O_2 (4:1) menunjukkan kinerja yang paling baik. Jumlah variasi HNO_3 yang lebih banyak dengan penambahan H_2O_2 yang sedikit dapat memaksimalkan proses destruksi dari sampel ikan lemuru. Peranan HNO_3 dalam proses destruksi sebagai larutan pendestruksi utama, sedangkan H_2O_2 berperan untuk membantu HNO_3 dalam proses destruksi. Peranan H_2O_2 dalam proses destruksi ada beberapa. Pertama, selain sebagai oksidator, H_2O_2 dapat mengalami dekomposisi katalitik yang dapat menghasilkan H_2O dan O_2 . Oksigen yang dihasilkan dapat meningkatkan tekanan pada vesel yang dapat mempercepat reaksi pada proses destruksi (Bizzi *et al.*, 2014). Kedua, H_2O_2 dapat mengurangi

kandungan karbon pada hasil destruksi sehingga larutan hasil destruksi yang didapat menjadi lebih bening. Ketiga, Penambahan H_2O_2 menghasilkan larutan yang tidak meninggalkan sisa padatan organik (Tanase *et al.*, 2004).

4.4 Penentuan Merkuri dalam Sampel Ikan Lemuru berdasarkan Ukuran.

Penentuan kadar logam merkuri pada berbagai sampel ukuran ikan lemuru dengan menggunakan larutan pendestruksi terbaik yaitu perbandingan HNO_3 dan H_2O_2 4:1. Hasil analisis dapat dilihat pada gambar 4.3.



Gambar 4.3 Kadar Merkuri pada beberapa variasi ukuran (tiap 1 Kg massa ikan)

Pengaruh konsentrasi terhadap ukuran ikan lemuru dapat dilihat menggunakan analisis *one way anova* pada table 4.2. Berdasarkan hasil perhitungan yang didapat pada lampiran 4. didapat bahwa nilai F hitung sebesar 3,097 dan nilai F tabel sebesar 5,32. Nilai F hitung < F table maka H_0 diterima atau tidak terdapat pengaruh variasi ukuran terhadap konsentrasi merkuri pada ikan lemuru.

Hasil gambar 4.3 pada ukuran 11-15 cm memiliki kadar logam lebih rendah dibandingkan dengan ukuran 15-18 cm, karena ukuran 11-15 ukuran tubuh ikan kecil sehingga akumulasi logam rendah. Pada ukuran 15-18 cm ikan lemuru aktif

mencari makan dan menyebabkan peningkatan penyerapan unsur yang baik. Sedangkan, pada ukuran >18 cm Hg pada ikan lemuru mengalami penurunan dikarenakan kecepatan metabolisme akan berkurang seiring dengan bertambahnya panjang dan ukuran ikan. Sehingga pertambahan unsur logam berat lebih kecil daripada pertambahan ukuran tubuh ikan (Al-Yousuf *et al.*, 2000). Hasil konsentrasi pengujian didapat bahwa konsentrasi merkuri untuk ukuran 15-18 cm lebih besar dari pada yang lain. Pada gambar 4.3 dapat diketahui bahwa antara ukuran 11-15 cm, 15-18 cm dan >18 cm tidak terdapat beda nyata konsentrasi diantara ketiganya karena berada pada satu subset yaitu subset a.

Tabel 4.2 Hasil *one way anova* variasi ukuran

	Sum of Squares	df	Mean Square	F hitung	Sig.	F table
Between Groups	9,542	2	4,771	3,097	0,119	5,32
Within Groups	9,242	6	1,540			
Total	18,784	8				

Kadar merkuri yang ditetapkan oleh pemerintah yaitu sebesar 0,5 ppm atau setara dengan 500 ppb. Hasil diatas menunjukkan bahwa kadar merkuri pada sampel ikan lemuru masih berada dibawah ambang batas sehingga masih aman untuk dikonsumsi. Konsentrasi merkuri pada penentuan kadar merkuri pada variasi ukuran berbeda jauh dengan konsentrasi pada variasi larutan. Penyebabnya yaitu proses sampling yang dilakukan dua kali, sehingga sampel yang digunakan untuk variasi ukuran berbeda dengan sampel penentuan larutan terbaik.

4.5 Kajian Hasil Penelitian Merkuri dalam Ikan Lemuru menurut Persepektif

Islam

Makanan merupakan sumber energi yang dibutuhkan oleh manusia. Menurut SNI 7387:2009. Ambang batas yang diperbolehkan oleh Indonesia yaitu

sebesar 0,5 ppm atau 500 ppb pada seluruh jenis ikan. Ikan lemuru yang berada di daerah Muncar memiliki konsentrasi sebesar 143,601 ppb untuk ukuran 11-15 cm, 187,739 ppb untuk ukuran 15-18 cm dan 186,819 ppb untuk ukuran >18 cm. Kadar ini berada dibawah ambang batas yang artinya ikan lemuru dapat dikonsumsi oleh masyarakat karena konsentrasi merkuri dibawah 500 ppb. Sampel ikan lemuru ini termasuk dalam sampel yang baik untuk dikonsumsi. Allah senantiasa mengajarkan manusia untuk memakan makanan yang halal lagi baik. Makanan yang halal dan baik salah satunya yaitu yang berasal dari lautan. Sesuai dengan firman Allah pada surat al-Maidah ayat (5) 96:

أَحِلَّ لَكُمْ صَيْدُ الْبَحْرِ وَطَعَامُهُ مَتَاعًا لَكُمْ وَلِلسَّيَّارَةِ ۖ وَحُرِّمَ عَلَيْكُمْ صَيْدُ الْبَرِّ مَا دُمْتُمْ حُرُمًا ۗ
وَاتَّقُوا اللَّهَ الَّذِي إِلَيْهِ تُحْشَرُونَ

Artinya: “Dihalalkan bagimu binatang buruan laut dan makanan (yang berasal) dari laut sebagai makanan yang lezat bagimu, dan orang-orang yang berada dalam perjalanan, dan diharamkan atasmu (menangkap) binatang buruan darat, selama kamu dalam ihram. Dan bertakwalah kepada Allah yang kepada-Nya-lah kamu akan dikumpulkan” (QS. Al-Maidah 5:96).

Tafsir Jalalain menunjukkan bahwa kita boleh mengonsumsi semua hewan jenis ikan. Kata *أَحِلَّ لَكُمْ* di halalkan bagimu hai umat manusia baik dalam keadaan ihram atau tidak *صَيْدُ الْبَحْرِ* binatang buruan laut kamu boleh memakannya. Binatang buruan laut adalah binatang yang hidupnya di laut atau di air seperti ikan. Berbeda dengan binatang yang terkadang hidup di laut dan terkadang hidup di darat seperti kepiting *وَطَعَامُهُ* dan makanan yang berasal dari laut atau binatang laut yang terdampar dalam keadaan mati (Al-Mahalli dan As-Suyuti 2009). Tafsir Lajnah (2016) mengemukakan hal yang sama, bahwa di halalkan bagi manusia untuk memakan hewan buruan laut, makna laut tidak hanya pada satu objek, tetapi juga sungai, kolam, danau dan sebagainya.

Ayat diatas menjelaskan pada kita jika semua ikan yang ada di laut halal untuk dikonsumsi. Salah satu alasannya yaitu Ikan lemuru memiliki kandungan gizi yang tinggi. Lemuru mengandung omega-3 EPA dan DHA juga omega-6. Fungsi dari EPA dan DHA yaitu untuk mencegah pengerasan pada pembuluh darah, mengurangi rangsangan penggumpalan darah dan meningkatkan daya intelegensia (Wildan, 2000). Namun ikan lemuru yang terkontaminasi logam merkuri tidak baik untuk tubuh. Menurut WHO kadar merkuri yang dapat ditoleransi manusia sebesar 300 ppb/ 70 Kg berat badan per-minggu (Simbolon dkk, 2012). Apabila seseorang mengonsumsi ikan lemuru secara terus menerus hingga melebihi ambang batas, maka akan berbahaya bagi tubuh. Walaupun merkuri yang terdapat pada ikan lemuru berada pada ambang batas, konsumsi ikan lemuru harus dalam porsi seimbang agar tidak membahayakan tubuh.

Allah telah menganugerahkan kekayaan yang melimpah bagi Indonesia. Salah satunya yaitu tambang emas yang berada di daerah Pesanggaran Banyuwangi. Lokasi tambang yang berdekatan dengan laut menyebabkan limbah hasil pengolahan memiliki potensi untuk dibuang ke laut. Oleh karena itu kita harus menjaga kekayaan alam laut kita. Hal ini dijelaskan dalam surah ar-Rum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا
الْعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya: “Telah Nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)” (QS. Ar-Rum 30:41).

Menurut Al-Mahalli dan As-Suyuti (2009) ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ artinya telah nampak kerusakan di laut dan di bumi. Kata الْبَحْرِ tidak mengacu pada laut, tetapi

negeri-negeri yang memiliki banyak sungai menjadi kering. بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ. disebabkan perbuatan tangan manusia berupa perbuatan-perbuatan maksiat.

Ayat diatas menjelaskan bahwa kerusakan yang ada di bumi merupakan ulah manusia yang tidak bertanggung jawab. Jadi telah banyak kerusakan di bumi baik di daratan maupun di lautan. Allah memerintakan manusia untuk senantiasa menjaga alam. Sumber daya alam yang melimpah di Indonesia harus kita jaga agar dapat dimanfaatkan dengan baik. Apabila kita tidak menjaganya maka akan merugikan bagi orang lain dan makhluk hidup lainnya. Sesuai dengan firman Allah Surat Al-Maidah ayat 9:

وَعَدَّ اللَّهُ الَّذِينَ آمَنُوا وَعَمِلُوا الصَّالِحَاتِ لَهُمْ مَغْفِرَةٌ وَأَجْرٌ عَظِيمٌ

Artinya: Allah Telah menjajikan kepada orang-orang yang beriman dan yang beramal saleh, (bahwa) untuk mereka ampunan dan pahala yang besar (QS. Al-Maidah 5:9).

Ayat diatas mejelaskan kepada kita apabila kita beramal saleh Allah akan megampuni kita dan memberikan pahala yang besar untuk umatnya. Beramal saleh merupakan perbuatan baik yang dapat menghapus dosa yang telah lampau (Al-Qarni, 2008). Perbuatan baik salah satunya dengan merawat alam dan memperbaiki alam yang telah manusia rusak dan mempelajari tanda-tanda kebesaran Allah dibalikny. Seperti sebab terjadinya alam kita tercemar dan bagaimana cara penanganannya untuk memperbaiki alam yang telah rusak. Sehingga kita dapat menghapus dosa akibat perbuatan kita karena telah merusak lingkungan.

Pencemaran lingkungan, terutama cemaran logam tidak dapat didegradasi dengan mudah. Namun kita dapat mengurangi penggunaan merkuri untuk ekstraksi emas dan mengurangi pencemaran lingkungan dengan cara adsorpsi menggunakan zat karbon aktif dan tanaman eceng gondok. Zat karbon aktif dan tanaman eceng

gondok dapat mengadsorpsi merkuri di sekitar penambangan sehingga kadar merkuri yang berada di sekitar penambangan dapat berkurang.

Kandungan merkuri yang terdapat pada ikan lemuru di daerah muncar masih berada dibawah ambang batas. Namun jika akumulasi logam merkuri di lautan makin meningkat, maka konsentrasi logam merkuri pada ikan lemuru akan meningkat juga. Oleh karena itu diharapkan para penambang emas yang berada di sekitar Banyuwangi untuk lebih memperhatikan kembali penggunaan merkuri dan mengetahui akibat dari tindakan tersebut serta berusaha meminimalisir pencemaran di lingkungan sekitar.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan Penelitian yang telah dilakukan, dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Variasi zat pendestruksi terbaik menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam merkuri (Hg) adalah $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ dengan perbandingan 4:1 dengan rata-rata konsentrasi yaitu sebesar 885,747 ppb per Kg massa ikan.
2. Kadar logam merkuri (Hg) pada sampel ukuran 11-15 cm, 15-18 cm dan >18 cm secara berturut-turut yaitu ikan lemuru yaitu 143,601 ppb, 187,739 ppb dan 186,819 ppb per Kg massa ikan.

5.2 Saran

Berdasarkan penelitian ini, saran untuk penelitian selanjutnya agar dapat mengembangkan penelitian ini diantaranya:

1. Dapat menggunakan reagen pereduksi lain seperti NaBH_4 pada SSA-UD.
2. Perlu dilakukan uji kandungan Hg pada ikan lemuru pada berbagai musim.
3. Perlu diperhatikan penggunaan sampel yang sama antar ulangan.
4. Adanya penelitian lanjutan menggunakan sampel lain, karena hasil laut di daerah Muncar tidak hanya ikan lemuru, tetapi masih banyak lagi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdul-Rahman, M. S. 2009. *Tafsir Ibn Kathir Juz' 14 (Part 14): Al-Hijr 1 to An-Nahl 128 2nd Edition*. MSA Publication Limited.
- Aliyah, S. 2013. Ulul Albab dalam Tafsir Fi Zhilali Al-Quran. *Jurnal Ilmu Agama* Volume 14. Nomer 1: 115–150.
- Al-Mahalli, J dan As-Suyuti, J. 2009. *Terjemahan Tafsir Jalalain Berikut Asbabun Nuzul Jilid 1*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Al-Mahalli, J dan As-Suyuti, J. 2009. *Terjemahan Tafsir Jalalain Berikut Asbabun Nuzul Jilid 2*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Al-Qarni, 'Aidh. 2008. *Tafsir Muyassar Jilid 1*. Jakarta: Qisthi Press.
- Al-Yousuf, M.H, El-Shahawi, M.S dan Al-Ghais, S.M. 2000. Trace Metals in Liver, Skin and Muscle of Lethrinus Lentjan Fish Species in Relation to Body Length and Sex. *Science of The Total Environment* Volume 256. Nomer 2–3: 87–94. [https://doi.org/10.1016/S0048-9697\(99\)00363-0](https://doi.org/10.1016/S0048-9697(99)00363-0).
- Amaral, C. D. B; Fialho, L. L; Camargo, F. P. R; Pirola, C dan Nóbrega, J. A. 2016. Investigation of Analyte Losses Using Microwave-Assisted Sample Digestion and Closed Vessels with Venting. *Talanta*. 354–59. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2016.07.041>.
- Amrulloh, A. F. 2017. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Jamu Pega Linu Menggunakan Variasi Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) [skripsi]. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Araujo, R. G. O; Macedo, S. M; Korn, M. G. A; Pimentel, M. F; Bruns, R. E. dan Ferreira, S. L. C. 2016. Mineral Composition of Wheat Flour Consumed in Brazilian Cities. *J. Braz. Chem. Soc.* Volume 19. Nomer 5: 935–42. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1590/S0103-50532008000500019>.
- Armin, F; Zulharmita dan Firda, D. R. 2013. Identifikasi dan Penetapan Kadar Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih Kosmetika Herbal Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi*. Volume 18. Nomer 1.
- Augelli, M. A; Munoz, R. A. A; Richter, E. M; Cantagallo, M. I dan Angnes, L. 2007. Analytical Procedure for Total Mercury Determination in Fishes and Shrimps by Chronopotentiometric Stripping Analysis at Gold Film Electrodes after Microwave Digestion. *Food Chemistry*. Volume 101. Nomer 2: 579–584. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.02.017>.

- Badan Geologi ESDM. 2018. Pusat Vulkanologi Dan Mitigasi Bencana Geologi - Badan Geologi. 2018.
<http://vsi.esdm.go.id/index.php/kegiatan-pvmbg/kegiatan-diseminasi-informasi/2109-evaluasi-bencana-geologi-periode-maret-2018-dan-potensi-longsor-bulan-april-2018>.
- Bizzi, C. A; Nóbrega, J. A dan Barin, J. S. 2014. Diluted Acids in Microwave-Assisted Wet Digestion. dalam *Microwave-Assisted Sample Preparation for Trace Element Determination*. editor Flores, E.M.M. 179–204. Elsevier.
<https://doi.org/10.1016/B978-0-444-59420-4.00006-4>.
- Demirel, S; Tuzen, M; Saracoglu, S dan Soylak, M. 2008. Evaluation of Various Digestion Procedures for Trace Element Contents of Some Food Materials. *Journal of Hazardous Materials*. Volume 152. Nomer 3: 1020–26.
<https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.07.077>.
- Fadillah, S; Rinidar dan Armansyah T. R. 2017. Cemaran Logam Berat Timbal (Pb) pada Daging Ikan Cendro (*Tylosurus Crocodilus*) Di Pesisir Krueng Raya Kabupaten Aceh Besar. *JIMVET*. Volume 1. Nomer 3: 391–97.
- Hadi, M. C. 2013. Bahaya Merkuri Di Lingkungan Kita. *Jurnal Skala Husada*. Volume 10. Nomer 2: 175–183.
- Jakfar, A dan Manan, A. 2014. Deteksi Logam Timbal (Pb) pada Ikan Nila (*Oreochromis Niloticus*) Di Sepanjang Sungai Kalimas Surabaya. *Jurnal Ilmiah Perikanan dan Kelautan*. Volume 6. Nomer 1.
- Jeffery, G. H; Bassett, J; Mendham, J dan Denney, R. C. 1988. *Vogel's Quantitative Chemical Analysis*. 5th ed. New York: John Wiley & Sons Inc.
- Johan, J. J. J; Hadi dan Armawati, S. 2017. Pengaruh Pemberian Merkuri Per Oral Terhadap Gambaran Histopatologi Liver Tikus Wistar. *Jurnal Kedokteran Diponegoro*. Volume 6. Nomer 2.
- Khajeh, M. dan Ghanbari, M. 2011. Optimization of Microwave-Assisted Extraction Procedure to Determine Metal in Fish Muscles Using Box–Behnken Design. *Food Analytical Methods*. Volume 4. Nomer 3: 431–36.
<https://doi.org/10.1007/s12161-010-9185-x>.
- Khopkar, S.M. 2014. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kresna, A. 2017. *Mengenal Kandungan Gizi pada Ikan*. Dinas Kelautan Dan Perikanan Provinsi Jawa Tengah.
<http://dkp.jatengprov.go.id/index.php/artikel/bidangpukp/mengenal-kandungan-gizi-pada-ikan>.
- Kristian, K. E; Friedbauer, S; Kabashi, D; Ferencz, K. M; Barajas, J. C dan Kelly, O. 2015. A Simplified Digestion Protocol for the Analysis of Hg in Fish by

Cold Vapor Atomic Absorption Spectroscopy. *Journal of Chemical Education* 92 (4): 698–702. <https://doi.org/10.1021/ed500687b>.

Kristianingrum, S. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya. Di dalam: *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*; Yogyakarta, 2 Juni 2012. Yogyakarta: Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta. Halaman K195-K202.

Laili, I. 2015. Penentuan Kadar Merkuri dalam Ikan Tunua (*Thunnus*) Menggunakan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD) [skripsi]. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Lajnah. 2016. *Tafsir Ringkas Jilid 1*. Jakarta: Lajnah Pentafshihan Al-Qur'an

Media, Kompas Cyber. 2008. Bahaya Logam Berat dalam Makanan. *KOMPAS.com*. 21 September 2008. <https://edukasi.kompas.com/read/2008/09/21/11254074/bahaya.logam.berat.dalam.makanan>.

Mukharromah, I. Y. 2015. Penentuan Kadar Merkuri (Hg) dalam Ikan Lemuru (*Sardinella Lemuru*) Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD) [skripsi]. Malang: UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

Muller, E. I; Mesko, M. F; Moraes, D. P; Korn, M. G. A dan Flores, E. M. M. 2014. *Wet Digestion Using Microwave Heating*. dalam *Microwave-Assisted Sample Preparation for Trace Element Determination*. editor Flores, E.M.M. 179–204. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-59420-4.00006-4>.

Mulyaningsih, T. R; Alfian dan Kuntoro, I. 2012. Distribusi Unsur Makro Dan Mikro dalam Abu Gunung Merapi Yogyakarta. *Jurnal Ecolab*. Volume 6. Nomer 1: 12–22. <https://doi.org/10.20886/jklh.2012.6.1.12-22>.

Nguyen, T. H; Boman, J; Leermakers, M. dan Baeyens, W. 1998. Mercury Analysis in Environmental Samples by EDXRF and CV-AAS. *Fresenius' Journal of Analytical Chemistry*. Volume 360. Nomer 2: 199–204. <https://doi.org/10.1007/s002160050674>.

Nisa, A. K. 2015. Penentuan Kadar Merkuri dalam Kerang Hijau (*Perna Viridis*) Menggunakan Destruksi Refluks Secara Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD) [skripsi]. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Paz, L. A; Alegria, A; Barbera, R; Farre, R dan Lagarda, M. J. 1997. Determination of Mercury in Dry-Fish Samples by Microwave Digestion and Flow Injection Analysis System Cold Vapor Atomic Absorption Spectrometry.

Food Chemistry. Volume 58. Nomer 1: 169–72.
[https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(96\)00197-5](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(96)00197-5).

Popovic, A. R; Djinovic-Stojanovic, J. M; Djordjevic, D. S; Relic, D. J; Vranic, D. V; Milijasevic, M. P dan Pezo, L. L. 2018. Levels of Toxic Elements in Canned Fish from the Serbian Markets and Their Health Risks Assessment. *Journal of Food Composition and Analysis*. Volume 67: 70–76.
<https://doi.org/10.1016/j.jfca.2018.01.003>.

Qodratulloh, W. 2016. Konsep Ulul Albab dalam Al Quran dan Implikasinya dalam Pembelajaran Pendidikan Agama Islam Di Perguruan Tinggi. *Sigma-Mu*. Volume 8. Nomer 1.

Rahman, A; Masmitra, K. D dan Nurliani, A. 2016. Analisis Kandungan Merkuri (Hg) pada Ikan Nila (*Oreochromis niloticus L.*) Budidaya Keramba Di Sekitar Waduk Riam Kanan Kecamatan Aranio. *Biodidaktika*. Volume 11. Nomer 2.

Rochyatun, E; Kaisupy, M. T dan Rozak, A. 2010. Distribusi Logam Berat dalam Air dan Sedimen Di Perairan Muara Sungai Cisadane. *Makara Journal of Science*. Volume 10. Nomer 1: 35–40.

Rodiana, Y; Masitoh, S; Maulana, H dan Nurhasni. 2013. Pengkajian Metode Untuk Analisis Total Logam Berat dalam Sedimen Menggunakan Microwave Digestion. *Jurnal Ecolab*. Volume 7. Nomer 2: 71–80.
<https://doi.org/10.20886/jklh.2013.7.2.71-80>.

Rohaya, U; Ibrahim, N dan Jamaluddin. 2017. Analysis of The Content of Mercury (Hg) In Unregistered Facial Whitening Creams Circulating In The Inpres Market Palu. *Jurnal Farmasi Galenika (Galenika Journal of Pharmacy)*. Volume 3. Nomer 1: 77-83.
<https://doi.org/10.22487/j24428744.2017.v3.i1.8143>.

Samin, S. T. S. 2007. *Unjuk Kerja Metode Uji Total Merkuri (Hg) dalam Contoh Bahan Biologis Menggunakan Alat CV-AAS*. didalam: Prosiding PPI-PDIPTN. Yogyakarta, 10 Juli 2007. Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan-BATAN. Halaman 251-256.

Sarrimbul, A; Iranawati, F; Sambah, A. B; Yona, D; Hidayat, N; Harlyan, L. I; Sari, S. H. J dan Fuad, M. A. Z. 2017. *Pengelolaan Sumberdaya Perikanan Pelagis*. Malang: Universitas Brawijaya Press.

Silaban, M.W. 2016. UGM: Penambangan Emas Banyuwangi Berisiko Tinggi. *Tempo*. January 27, 2016. <https://tekno.tempo.co/read/739669/ugm-penambangan-emas-banyuwangi-berisiko-tinggi>.

Silitonga, I; Hasan, W dan Naria, E. 2015. Analisis Kandungan Merkuri (Hg) Dan Kadmium (Cd) pada Beberapa Jenis Ikan Asin Yang Di Produksi Di

Kelurahan Bahari Kecamatan Medan Belawan Tahun 2015. *Lingkungan dan Keselamatan Kerja*. Volume 4. Nomer 1.

Simbolon, D; Simange, S. M dan Wulandari, S. Y. 2012. Kandungan Merkuri dan Sianida pada Ikan yang Tertangkap dari Teluk Kao, Halmahera Utara. *Ilmu Kelautan: Indonesian Journal of Marine Sciences*. Volume 15. Nomer 3: 126–34. <https://doi.org/10.14710/ik.ijms.15.3.126-134>.

Sineo.2010. *Aplication Manual of Microwave Digestion*. China. Sineo Microwave Chemistry Technology.

Skoog, D. A; West, D. M; Holler, F. J dan Crouch S. R. 2004. *Fundamentals If Analytical Chemistry Eighth Edition*. USA: Brooks/Cole.

Sulistyaningrum, I; Utami, M. P. G dan Istiningrum, R. B. 2014. Perbandingan Metode Kalibrasi dan Adisi Standar untuk Penentuan Timbal Terlarut dalam Air Bak Kontrol Candi Borobudur Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)-Nyala. *Jurnal Konservasi Cagar Budaya Borobudur*. Volume 8. Nomer 2.

Sumantri, A; Laelasari, E; Junita, N. R dan Nasrudin. 2014. Logam Merkuri pada Pekerja Penambangan Emas Tanpa Izin. *Kesmas: National Public Health Journal* 8 (8): 398. <https://doi.org/10.21109/kesmas.v8i8.411>.

Sundari, D; Hananto, M dan Suharjo. 2016. Heavy Metal In Food Ingredients In Oil Refinery Industrial Area, Dumai. *Buletin Penelitian Sistem Kesehatan* 19 (1). <https://doi.org/10.22435/hsr.v19i1.4989.55-61>.

Suwarso dan Wujdi, A. 2015. Dinamika Populasi dan Estimasi Rasio Potensi Pemijahan Ikan Lemuru (*Sardinella Lemuru Bleeker, 1853*) Di Teluk Prigi, Jawa Timur. *J.Lit.Perikan.Ind, Balai Penelitian Perikanan Laut-Muara Baru*. Volume 21. Nomer 3.
https://www.researchgate.net/publication/320195790_DINAMIKA_POPULASI_DAN_ESTIMASI_RASIO_POTENSI_PEMIJAHAN_IKAN_LEMURU_Sardinella_lemuru_Bleeker_1853_DI_TELUK_PRIGI_JAWA_TIMUR_POPULATION_DYNAMIC_AND_SPAWNING_POTENTIAL_RATIO_OF_BALI_SARDINELLA_Sardinell.

Svehla, G. 1990. *Vogel: Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Samimikro*. 5th ed. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

Syafnir, L dan Putri, A. P. 2011. Pengujian Kandungan Merkuri dalam Sediaan Kosmetik Dengan Spektrofotometri Serapan Atom. *Prosiding SNaPP2011 Sains, Teknologi, dan Kesehatan*. Volume 2. Nomer 1.

Tanase, A; Niculae, C; Patroescu, C dan Vamanu, A. 2004. Optimized Microwave Digestion Method for Iron and Zinc Determination by Flame Absorption

Spectrometry in Fodder Yeasts Obtained from Paraffin. *Chimie, Anul XIII*. Volume 1. Nomer 2: 117–24.

Tyutyunnik, O. A; Getsina, M. L; Toropchenova, E. S dan Kubrakova, I. V. 2013. Microwave Preparation of Natural Samples to the Determination of Mercury and Other Toxic Elements by Atomic Absorption Spectrometry. *Journal of Analytical Chemistry*. Volume 68. Nomer 5: 377–85.
<https://doi.org/10.1134/S1061934813050158>.

Underwood. 1986. *Analisis Kimia Kuantitatif*. 4th ed. Jakarta: Erlangga.

Van Loon, J. C. 1980. *Analytical Atomic Absorption Spectroscopy: Selected Methods*. New York: Academic Press.

Varian. 2010. Prinsip Kerja AAS-AA240, Pengoprasian dan Cara Perawatannya. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

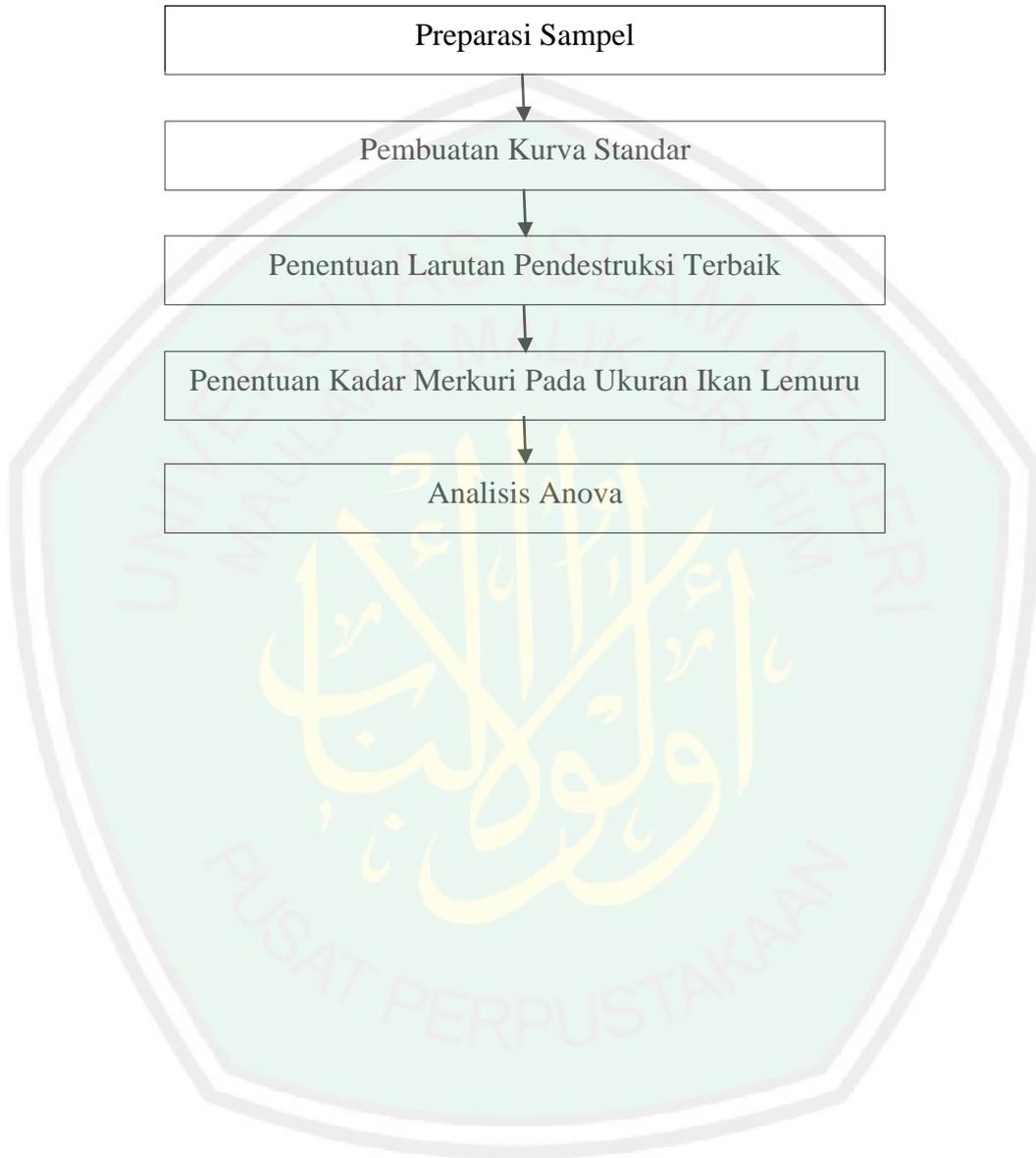
Wildan, F. 2000. Perbandingan Kandungan Omega-3 dan Omega-6 dalam Minyak Man Lemuru Dengan Teknik Kromatografi. *Temu Teknis Fungsional non Peneliti*.

Wujdi, A; Suwarso dan Wudianto. 2012. Beberapa Parameter Populasi Ikan Lemuru (*Sardinella Lemuru Bleeker, 1853*) Di Perairan Selat Bali Some Population Parameters of Bali *Sardinella (Sardinella Lemuru Bleeker, 1853)* In Bali Strait Waters. *BAWAL*. Volume 4. Nomer 3.

Wulandari, A dan Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma Cottonii*). *Jurnal Sains dan Seni Pomits*. Volume 2. Nomer 2.
<https://doi.org/http://dx.doi.org/10.12962/j23373520.v2i2.3729>.

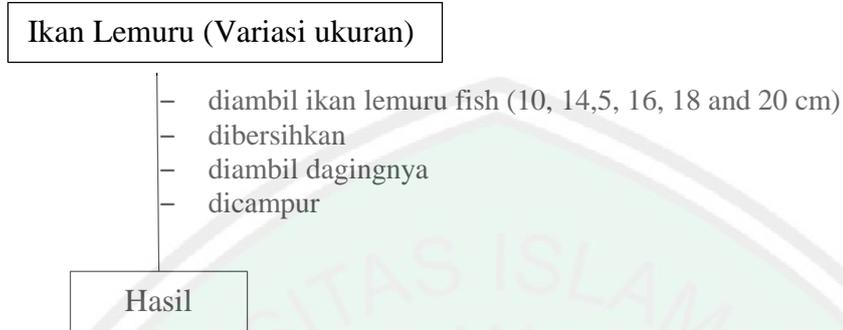
Yulianingsih, T. 2015. Gunung Raung Kembali Meletus, 3 Bandara Ditutup Lagi. *Liputan6.com*.
<https://www.liputan6.com/news/read/2277164/gunung-raung-kembali-meletus-3-bandara-ditutup-lagi>.

Lampiran 1: Rancangan Penelitian

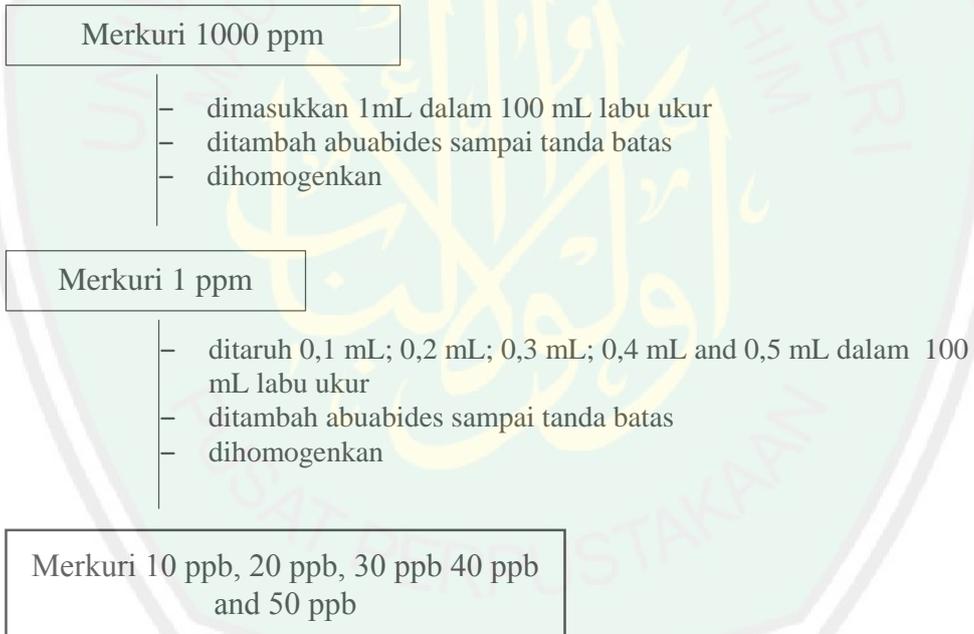


Lampiran 2: Diagram Alir

1. Preparasi Sampel



2. Pembuatan Kurva Standar



3. Penentuan Larutan Pendestruksi Terbaik

Ikan Lemuru campuran Variasai Ukuran

- diambil 0,5 g ikan lemuru
- ditambahkan 10 mL larutan pendestruksi

No	Larutan	Perbandingan
1	HNO ₃	1:0
2	HNO ₃ : H ₂ O ₂	1:1
3	HNO ₃ : H ₂ O ₂	2:1
4	HNO ₃ : H ₂ O ₂	4:1
5	HNO ₃ : H ₂ O ₂	10:3

- didestruksi menggunakan *microwave*
- dianalisis menggunakan SSA-UD

Hasil

4. Penentuan Kadar Merkuri Pada Berbagai Ukuran Ikan Lemuru

Ikan Lemuru campuran Variasai Ukuran

- diambil 0,5 g ikan lemuru dengan variasi ukuran

No	Ukuran (cm)
1	10
2	14
3	16,5
4	18
5	20

- ditambahkan 10 mL larutan pendestruksi terbaik
- didestruksi menggunakan *microwave*
- dianalisis menggunakan SSA-UD

Hasil

Lampiran 3 : Perhitungan

1. Pembuatan Blanko

Larutan blanko terdiri dari campuran HNO₃ 5% dan H₂O₂ 5%

Diket M HNO₃ = 63% dan M H₂O₂ = 37% dengan menggunakan rumus :

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

Maka didapat volume larutan yang dipipet dari HNO₃ adalah 7,936 mL dan H₂O₂ 13,513 mL dengan perhitungan sebagai berikut:

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$65\% \times V1 = 5\% \times 100 \text{ mL}$$

$$V1 = 500\% \text{ mL} / 65\%$$

$$V1 = 7,692 \text{ mL}$$

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$37\% \times V1 = 5\% \times 100 \text{ mL}$$

$$V1 = 500\% \text{ mL} / 37\%$$

$$V1 = 13,513 \text{ mL}$$

2. Pembuatan Reduktan SnCl₂

Ditimbang SnCl₂ sebanyak 25 g, kemudian ditambahkan HCl 20 mL, Setelah itu ditanda bataskan dengan aquademin menggunakan labu takar 100 mL. Apabila hasil pengenceran larutan masih keruh maka perlu adanya pemanasan.

3. Pembuatan Kurva Standar Merkuri (Hg)

Pembuatan Larutan Stok 1000 ppm Hg²⁺ dalam persenyawaan Hg(NO₃)₂

$$\text{Mr Hg(NO}_3)_2 = 324,59 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Hg} = 200,59 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \text{Berat} &= \frac{\text{Mr Hg(NO}_3)_2 \times 1000 \text{ mg}}{\text{Ar Hg}} \\ &= \frac{324,59 \text{ g/mol} \times 1000 \text{ mg}}{200,59 \text{ g/mol}} \\ &= 1618,18 \text{ mg} \\ &= 1,618 \text{ g} \end{aligned}$$

- a. Pembuatan larutan standar 1000 ppm menjadi 10 ppm

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$1000 \text{ ppm} \times V_1 = 10 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 10 \text{ ppm}}{1000 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Sehingga larutan standar 10 mg/L dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan standar 1000 mg/L ke dalam labu takar 100 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO₃ 0,1 N sampai tanda batas

- b. Pembuatan larutan standar 100 ppb mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$10 \text{ ppm} \times V_1 = 0,1 \text{ ppm} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 0,1 \text{ ppm}}{10 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Sehingga larutan standar 0,1 ppm dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan standar 10 ppm ke dalam labu takar 100 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO₃ 0,1 N sampai tanda batas

- c. Pembuatan larutan standar 10 ppb.

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppb} \times V_1 = 10 \text{ ppb} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 10 \text{ ppb}}{100 \text{ ppb}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Sehingga larutan standar 10 ppb dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan standar 100 ke dalam labu takar 10 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO₃ 0,1 N sampai tanda batas

- d. Pembuatan larutan standar 20 ppb

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppb} \times V_1 = 20 \text{ ppb} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 20 \text{ ppb}}{100 \text{ ppb}}$$

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

Sehingga larutan standar 20 ppb dibuat dengan cara dipipet 2 mL larutan standar 100 ppb ke dalam labu takar 10 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO₃ 0,1 N sampai tanda batas

- e. Pembuatan larutan standar 30 ppb

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppb} \times V_1 = 30 \text{ ppb} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 30 \text{ ppb}}{100 \text{ ppb}}$$

$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

Sehingga larutan standar 30 ppb dibuat dengan cara dipipet 3 mL larutan standar 100 ppb ke dalam labu takar 10 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO₃ 0,1 N sampai tanda batas.

- f. Pembuatan larutan standar 40 ppb.

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppb} \times V_1 = 40 \text{ ppb} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 40 \text{ ppb}}{100 \text{ ppb}}$$

$$V_1 = 4 \text{ mL}$$

Sehingga larutan standar 40 ppb dibuat dengan cara dipipet 4 mL larutan standar 100 ppb ke dalam labu takar 10 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO₃ 0,1 N sampai tanda batas

g. Pembuatan larutan standar 50 ppb

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$100 \text{ ppb} \times V_1 = 50 \text{ ppb} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 50 \text{ ppb}}{100 \text{ ppb}}$$

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

Sehingga larutan standar 50 ppb dibuat dengan cara dipipet 5 mL larutan standar 100 ppb ke dalam labu takar 10 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO₃ 0,1 N sampai tanda batas.

4. Pembuatan HNO₃ 0,1 N

$$\begin{aligned} \text{Diketahui : } \rho \text{ HNO}_3 \text{ 65\%} &= 1,39 \text{ gr/cm}^3 \\ &= 1390 \text{ gr/L} \end{aligned}$$

$$\text{Mr HNO}_3 = 63 \text{ gr/mol}$$

$$\text{HNO}_3 = \frac{65 \text{ gr HNO}_3}{100 \text{ gr larutan}}$$

$$\frac{1390 \text{ gr}}{1 \text{ L}} = \frac{100 \text{ gr}}{V}$$

$$V = \frac{100 \text{ gr} \times 1 \text{ L}}{1390 \text{ gr}}$$

$$V = 0,0719 \text{ L}$$

$$n = \frac{65 \text{ gr}}{63 \text{ gr/mol}}$$

$$n \text{ HNO}_3 = 1,0318 \text{ mol}$$

$$M \text{ HNO}_3 = \frac{n}{v}$$

$$M \text{ HNO}_3 = \frac{1,0318 \text{ mol}}{0,0719 \text{ L}}$$

$$M \text{ HNO}_3 = 14,3505 \text{ M}$$

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,3505 \text{ M} \times V_1 = 0,1 \text{ M} \times 1000 \text{ mL}$$

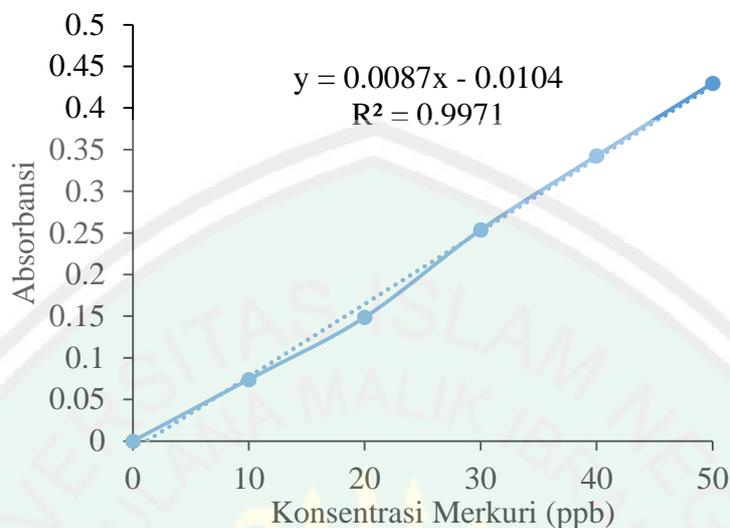
$$V_1 = \frac{0,1 \text{ M} \times 1000 \text{ mL}}{14,3505 \text{ M}}$$

$$V_1 = 6,9684 \text{ mL}$$



Lampiran 4: Hasil Uji Kurva Standar

1. Hasil Uji Linieritas dan Sensitivitas



- Linieritas kurva standar merkuri sebesar 0,9971
- Sesitivitas nilai slope (kemiringan sebesar 0,0087)

2. Hasil Uji LOD dan LOQ

Sampel	Konsentrasi	y	\hat{y}	(y - \hat{y})	(y - \hat{y}) ²
Blangko	0	0	-0,01646	0,016464	0,000113345
Standar 1	10	0,074	0,070709	0,003291	6,38298E-06
Standar 2	20	0,1486	0,157882	-0,00928	0,000227989
Standar 3	30	0,2537	0,245055	0,008645	7,99681E-06
Standar 4	40	0,3426	0,332228	0,010372	2,07482E-05
Standar 5	50	0,4298	0,4194	0,0104	2,09964E-05
Jumlah					0,000397459
SD X/Y					0,000149167
LOD					0,05 $\mu\text{g/L}$
LOQ					0,1 $\mu\text{g/L}$

$$\begin{aligned}
 \text{a. SD } x/y &= \sqrt{\frac{\sum (y - \hat{y})^2}{n - 2}} \\
 &= \sqrt{\frac{0,000397459}{6 - 2}} \\
 &= 0,000149167
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. LOD} &= \frac{3 \times \text{SD } x/y}{\text{slope}} \\
 &= \frac{3 \times 0,000149167 \mu\text{g/L}}{0,0087} \\
 &= 0,05 \mu\text{g/L}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. LOQ} &= \frac{10 \times \text{SD } x/y}{\text{slope}} \\
 &= \frac{10 \times 0,000149167 \mu\text{g/L}}{0,0087} \\
 &= 0,1 \mu\text{g/L}
 \end{aligned}$$

3. Hasil Uji Akurasi

$$\begin{aligned}
 \text{a. } 10 \mu\text{g/L} \\
 y &= 0,0087x - 0,0104 \\
 0,074 &= 0,0087x - 0,0104 \\
 0,0087x &= 0,074 + 0,0104 \\
 x &= 9.701149425 \mu\text{g/L} \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{9,701149425 \mu\text{g/L}}{10 \mu\text{g/L}} \times 100\% \\
 &= 97,01149425 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. } 20 \mu\text{g/L} \\
 y &= 0,0087x - 0,0104 \\
 0,1486 &= 0,0087x - 0,0104 \\
 0,0087x &= 0,1486 + 0,0104 \\
 x &= 18.27586207 \mu\text{g/L} \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{18,27586207 \mu\text{g/L}}{20 \mu\text{g/L}} \times 100\% \\
 &= 91,37931034 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. } 30 \mu\text{g/L} \\
 y &= 0,0087x - 0,0104 \\
 0,2561 &= 0,0087x - 0,0104 \\
 0,0087x &= 0,2561 + 0,0104 \\
 x &= 30.63218391 \mu\text{g/L} \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{30,63218391 \mu\text{g/L}}{30 \mu\text{g/L}} \times 100\% \\
 &= 102,1072797 \%
 \end{aligned}$$

d. 40 µg/L

$$y = 0,0087x - 0,0104$$

$$0,3426 = 0,0087x - 0,0104$$

$$0,0087x = 0,3426 + 0,0104$$

$$x = 40,57471264 \text{ µg/L}$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{40,57471264 \text{ µg/L}}{40 \text{ µg/L}} \times 100\%$$

$$= 101,4367816 \%$$

e. 50 µg/L

$$y = 0,0087x - 0,0104$$

$$0,4298 = 0,0087x - 0,0104$$

$$0,0087x = 0,4298 + 0,0104$$

$$x = 50,59770115 \text{ µg/L}$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{50,59770115 \text{ µg/L}}{50 \text{ µg/L}} \times 100\%$$

$$= 101,1954023 \%$$

Lampiran 5 : Data Hasil Instrument Larutan Sampel

1. Penentuan Komposisi Pendestruksi Terbaik

Table 1. Kadar merkuri yang terbaca oleh instrumen

Pendestruksi	M (Kg)	Absorbansi	V (L)	B (SSA) ($\mu\text{g/Kg}$)
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (1:0)	0,0005	0,1314	0,01	16,29885057
	0,0005	0,1897	0,01	23
	0,0005	0,1223	0,01	15,25287356
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (1:1)	0,0005	0,0463	0,01	6,517241379
	0,0005	0,0567	0,01	7,712643678
	0,0005	0,0421	0,01	6,034482759
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (2:1)	0,0005	0,0768	0,01	10,02298851
	0,0005	0,0638	0,01	8,528735632
	0,0005	0,0867	0,01	11,16091954
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (4:1)	0,0005	0,3890	0,01	45,90804598
	0,0005	0,3957	0,01	46,67816092
	0,0005	0,340	0,01	40,27586207
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (10:3)	0,0005	0,3339	0,01	39,57471264
	0,0005	0,2674	0,01	31,93103448
	0,0005	0,3287	0,01	38,97701149

Tabel 2. Kadar Merkuri yang sebenarnya

Pendestruksi	Kadar yang sebenarnya		
	Ulangan 1 ($\mu\text{g/Kg}$)	Ulangan 2 ($\mu\text{g/Kg}$)	Ulangan 3 ($\mu\text{g/Kg}$)
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (1:0)	325,977	460	305,06
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (1:1)	130,34	154,26	120,68
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (2:1)	200,4597701	170,5747126	223,2183908
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (4:1)	918,16	933,5632184	805,5172414
HNO ₃ : H ₂ O ₂ (10:3)	791,4942529	638,6206897	779,54

1. HNO₃

a. Ulangan 1

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{V_p \times b}{w}$$

$$= \frac{0,01 \text{ L} \times 16,29885057 \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}}$$

$$= 325,977 \mu\text{g/Kg}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 23 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 460 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 15,253 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 305,06 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

2. $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ (1:1)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 6,517 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 130,34 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 7,713 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 154,26 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 6,034 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 120,68 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

3. $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ (2:1)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 10,02298851 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 200,46 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 8,528735632 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \end{aligned}$$

$$= 170,57 \mu\text{g/Kg}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 11,16091954 \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 223,218 \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

4. $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ (4:1)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 45,908 \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 918,16 \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 46,782 \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 935,64 \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 40,276 \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 805,516 \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

5. $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ (10:3)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 39,57471264782 \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 791,494 \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 31,931 \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 638,62 \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 38,977 \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 779,54 \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

2. Penentuan Kadar Merkuri Pada Ikan Lemuru Dengan Variasi Ukuran

Tabel kadar merkuri yang terbaca instrumen

Sampel	M (Kg)	Absorbansi	V (L)	B (SSA) µg/L
Ukuran 1 (11-15 cm)	0,0005	0,0329	0,01	4,977011494
	0,0005	0,0533	0,01	7,32183908
	0,0005	0,07	0,01	9,24137931
Ukuran 2 (15-18 cm)	0,0005	0,0722	0,01	9,494252874
	0,0005	0,0703	0,01	9,275862069
	0,0005	0,0713	0,01	9,390804598
Ukuran 3 (>18 cm)	0,0005	0,0708	0,01	9,333333333
	0,0005	0,0728	0,01	9,563218391
	0,0005	0,0690	0,01	9,126436782

Tabel kadar merkuri yang sebenarnya

Sampel	Konsentrasi (µg/L)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Ukuran 1 (11-15 cm)	99,54022989	146,4367816	184,8275862
Ukuran 2 (15-18 cm)	189,8850575	185,5172414	187,816092
Ukuran 3 (>18 cm)	186,6666667	191,2643678	182,5287356

1. Ukuran 1 (11-15 cm)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 4,977011494 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 99,54022989 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 7,32183908 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 146,4367816 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 9,24137931 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 184,8275862 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

2. Ukuran 2 (15-18 cm)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 9,494252874 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 189,8850575 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 9,275862069 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 185,5172414 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 9,390804598 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 187,816092 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

3. Ukuran 2 (15-18 cm)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 9,333333333 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 186,6666667 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 9,563218391 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 191,2643678 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{V_p \times b}{w} \\ &= \frac{0,01 \text{ L} \times 9,126436782 \text{ } \mu\text{g/L}}{0,0005 \text{ Kg}} \\ &= 182,5287356 \text{ } \mu\text{g/Kg} \end{aligned}$$

Lampiran 6: Dokumentasi Penelitian



Sampel Ikan Lemuru



Preparasi Sampel Ikan lemuru



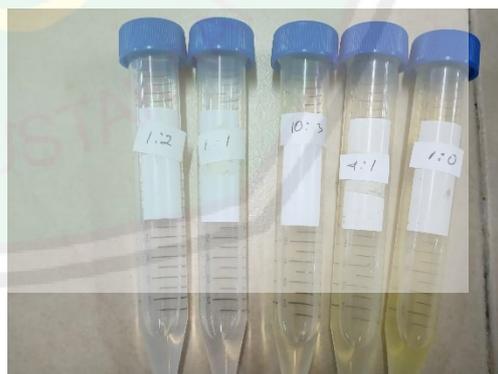
Pemberian Laruran destruksi



Destruksi menggunakan *microwave digestion*



Penyaringan hasil destruksi



Hasil Destruksi



Analisis menggunakan SSA-UD



Lampiran 7: Analisis Statistik

a. One-Way ANOVA : Konsentrasi Merkuri dalam larutan pengoksidasi

Descriptives				
	Perbandingan variasi larutan	Statistic	Std. Error	
konsentrasi	1:0	Mean	18.1839	2.42690
		95% Confidence Lower Bound	7.7418	
		Interval for Mean Upper Bound	28.6260	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	16.2989	
		Variance	17.670	
		Std. Deviation	4.20352	
		Minimum	15.25	
		Maximum	23.00	
		Range	7.75	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	1.612	1.225
		Kurtosis	.	.
		Mean	6.7548	.49879
		95% Confidence Lower Bound	4.6087	
Interval for Mean Upper Bound	8.9009			
5% Trimmed Mean	.			
Median	6.5172			
Variance	.746			
konsentrasi	1:1	Std. Deviation	.86393	
		Minimum	6.03	
		Maximum	7.71	
		Range	1.68	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	1.144	1.225
		Kurtosis	.	.
		Mean	9.9042	.76216
			Lower Bound	6.6249
		2:1		

	95% Confidence Interval for Mean			
		Upper Bound	13.1835	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		10.0230	
	Variance		1.743	
	Std. Deviation		1.32011	
	Minimum		8.53	
	Maximum		11.16	
	Range		2.63	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		-.402	1.225
	Kurtosis		.	.
	Mean		44.2874	2.01803
	95% Confidence	Lower Bound	35.6045	
	Interval for Mean	Upper Bound	52.9702	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		45.9080	
	Variance		12.217	
4:1	Std. Deviation		3.49533	
	Minimum		40.28	
	Maximum		46.68	
	Range		6.40	
	Interquartile Range		.	
	Skewness		-1.638	1.225
	Kurtosis		.	.
	Mean		36.8276	2.45435
	95% Confidence	Lower Bound	26.2674	
10:3	Interval for Mean	Upper Bound	47.3878	
	5% Trimmed Mean		.	
	Median		38.9770	

Variance	18.071	
Std. Deviation	4.25106	
Minimum	31.93	
Maximum	39.57	
Range	7.64	
Interquartile Range	.	
Skewness	-1.694	1.225
Kurtosis	.	.

Tests of Normality

	Perbandingan variasi larutan	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
konsentrasi	1:0	.340	3	.	.849	3	.238
	1:1	.275	3	.	.943	3	.541
	2:1	.203	3	.	.994	3	.851
	4:1	.345	3	.	.839	3	.211
	10:3	.360	3	.	.808	3	.134

a. Lilliefors Significance Correction

Descriptives

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
					1:0	3		
1:1	3	6.7548	.86393	.49879	4.6087	8.9009	6.03	7.71
2:1	3	9.9042	1.32011	.76216	6.6249	13.1835	8.53	11.16
4:1	3	44.2874	3.49533	2.01803	35.6045	52.9702	40.28	46.68
10:3	3	36.8276	4.25106	2.45435	26.2674	47.3878	31.93	39.57
Total	15	23.1916	15.60496	4.02918	14.5498	31.8333	6.03	46.68

Test of Homogeneity of Variances

konsentrasi

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
3.778	4	10	.040

ANOVA

konsentrasi					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	3308.314	4	827.079	81.974	.000
Within Groups	100.895	10	10.089		
Total	3409.209	14			

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: konsentrasi

Tukey HSD

(I)	(J)	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
Perbandingan variasi larutan	Perbandingan variasi larutan					
	1:0	11.42912*	2.59352	.009	2.8936	19.9646
	2:1	8.27969	2.59352	.058	-.2558	16.8152
	4:1	-26.10345*	2.59352	.000	-34.6389	-17.5680
1:1	10:3	-18.64368*	2.59352	.000	-27.1792	-10.1082
	1:0	-11.42912*	2.59352	.009	-19.9646	-2.8936
	2:1	-3.14943	2.59352	.744	-11.6849	5.3860
	4:1	-37.53257*	2.59352	.000	-46.0680	-28.9971
2:1	10:3	-30.07280*	2.59352	.000	-38.6083	-21.5373
	1:0	-8.27969	2.59352	.058	-16.8152	.2558
	1:1	3.14943	2.59352	.744	-5.3860	11.6849
	4:1	-34.38314*	2.59352	.000	-42.9186	-25.8477
4:1	10:3	-26.92337*	2.59352	.000	-35.4588	-18.3879
	1:0	26.10345*	2.59352	.000	17.5680	34.6389
	1:1	37.53257*	2.59352	.000	28.9971	46.0680
	2:1	34.38314*	2.59352	.000	25.8477	42.9186
10:3	10:3	7.45977	2.59352	.095	-1.0757	15.9952
	1:0	18.64368*	2.59352	.000	10.1082	27.1792
	1:1	30.07280*	2.59352	.000	21.5373	38.6083
	2:1	26.92337*	2.59352	.000	18.3879	35.4588
	4:1	-7.45977	2.59352	.095	-15.9952	1.0757

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

Homogeneous Subsets

konsentrasi

Tukey HSD

Perbandingan variasi larutan	N	Subset for alpha = 0.05		
		1	2	3
1:1	3	6.7548 ^a		
2:1	3	9.9042 ^{ab}	9.9042 ^{ab}	
1:0	3		18.1839 ^b	
10:3	3			36.8276 ^c
4:1	3			44.2874 ^c
Sig.		.744	.058	.095

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

b. One-Way ANOVA : Konsentrasi Merkuri dalam larutan pengoksidasi

Descriptives

ukuran		Statistic	Std. Error	
konsentrasi	Mean	7.1801	1.23306	
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 1.8747		
		Upper Bound 12.4855		
	5% Trimmed Mean	.		
	Median	7.3218		
	Variance	4.561		
	11-15 cm	Std. Deviation	2.13572	
		Minimum	4.98	
		Maximum	9.24	
		Range	4.26	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	-.297	1.225
		Kurtosis	.	.
	15-18 cm	Mean	9.3870	.06307
95% Confidence Interval for Mean		Lower Bound 9.1156		
		Upper Bound 9.6584		
5% Trimmed Mean		.		
		Median	9.3908	
	Variance	.012		

	Std. Deviation	.10925	
	Minimum	9.28	
	Maximum	9.49	
	Range	.22	
	Interquartile Range	.	
	Skewness	-.158	1.225
	Kurtosis	.	.
	Mean	9.3410	.12615
	95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound 8.7982 Upper Bound 9.8838	
	5% Trimmed Mean	.	
	Median	9.3333	
	Variance	.048	
>18 cm	Std. Deviation	.21849	
	Minimum	9.13	
	Maximum	9.56	
	Range	.44	
	Interquartile Range	.	
	Skewness	.158	1.225
	Kurtosis	.	.

Tests of Normality

	ukuran	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
konsentrasi	11-15 cm	.193	3	.	.997	3	.890
	15-18 cm	.181	3	.	.999	3	.942
	>18 cm	.181	3	.	.999	3	.942

a. Lilliefors Significance Correction

Descriptives

Konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
11-15 cm	3	7.1801	2.13572	1.23306	1.8747	12.4855	4.98	9.24
15-18 cm	3	9.3870	.10925	.06307	9.1156	9.6584	9.28	9.49
>18 cm	3	9.3410	.21849	.12615	8.7982	9.8838	9.13	9.56
Total	9	8.6360	1.53232	.51077	7.4582	9.8139	4.98	9.56

Test of Homogeneity of Variances

konsentrasi

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
4.123	2	6	.075

ANOVA

Konsentrasi

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	9.542	2	4.771	3.097	.119
Within Groups	9.242	6	1.540		
Total	18.784	8			

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: konsentrasi

Tukey HSD

(I) ukuran	(J) ukuran	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
11-15 cm	15-18 cm	-2.20690	1.01335	.154	-5.3161	.9023
	>18 cm	-2.16092	1.01335	.163	-5.2702	.9483
15-18 cm	11-15 cm	2.20690	1.01335	.154	-.9023	5.3161
	>18 cm	.04598	1.01335	.999	-3.0633	3.1552
>18 cm	11-15 cm	2.16092	1.01335	.163	-.9483	5.2702
	15-18 cm	-.04598	1.01335	.999	-3.1552	3.0633

Homogeneous Subsets

konsentrasi

Tukey HSD

ukuran	N	Subset for alpha =	
		0.05	1
11-15 cm	3	7.1801 ^a	
>18 cm	3	9.3410 ^a	
15-18 cm	3	9.3870 ^a	
Sig.			.154

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

