

**PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA KERANG  
DARAH (*Anadara granosa*) DENGAN METODE *MICROWAVE  
DIGESTION* MENGGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM  
(AAS)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**RAHMA NATASYA**  
NIM. 15630023



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2020**

**PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA KERANG  
DARAH (*Anadara granosa*) DENGAN METODE *MICROWAVE  
DIGESTION* MENGGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM  
(SSA)**

SKRIPSI

Oleh:  
**RAHMA NATASYA**  
NIM. 15630023

Diajukan Kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) 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  
2020**

**PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA KERANG  
DARAH (*Anadara granosa*) DENGAN METODE *MICROWAVE  
DIGESTION* MENGGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM  
(SSA)**

SKRIPSI

Oleh:  
**RAHMA NATASYA**  
NIM. 15630023

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 10 Februari 2020

Pembimbing I

Pembimbing II

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

  
M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I  
NIPT. 20142011409

Mengetahui,  
Ketua Jurusan

  
  
Elok Khatillah Hayati, M.Si  
NIP. 19790620 200604 2 002

**PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA KERANG DARAH (*Anadara granosa*) DENGAN METODE MICROWAVE DIGESTION MENGGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**RAHMA NATASYA**  
NIM. 15630023

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 10 Februari 2020

Penguji Utama	: Himmatul Baroroh, M.Si NIP. 19750730 200312 2 001	(.....)
Ketua Penguji	: Suci Amalia, M.Sc NIP. 19821101 200901 2 007	(.....)
Sekretaris Penguji	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
Anggota Penguji	: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I NIPT. 20142011409	(.....)

**Mengetahui,  
Ketua Jurusan**

  
**Elok Kamilah Hayati, M.Si**  
NIP. 19790620 200604 2 002

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rahma Natasya

NIM : 15630023

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : Penentuan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada Kerang Darah (*Anadara Granosa*) dengan Metode *Microwave Digestion* menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini 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 mencantumkan 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, 05 Maret 2020  
Yang membuat pernyataan



Rahma Natasya  
NIM. 15630023

## HALAMAN PERSEMBAHAN

### *Alhamdulillahrobbil'aalamiin*

Dengan senantiasa memanjatkan puja dan puji syukur ke hadirat Allah SWT atas rahmat, hidayah dan ridhonya sehingga bisa terselesaikan karya sederhana ini. Tak lupa sholawat serta salam tetap tercurahkan kepada junjungan nabi besar Muhammad SAW.

...

Karya ini saya persembahkan kepada segenap orang-orang yang saya sayangi sebagai rasa bakti, hormat, dan rasa terima kasih.

**Pertama,** Kepada kedua orang tua saya (Bpk. Muhammad Shidiq dan Ibu Chusnul Khotimah) yang telah memberikan begitu banyak dukungan berupa do'a, nasehat, motivasi, dan kasih sayang yang tidak terkira. Terima kasih untuk segalanya, terima kasih untuk semua kerja keras mereka yang bisa membawa saya sampai disini dan mempersembahkan karya sederhana ini. Semoga Allah SWT membalas kebaikan mereka, aamiin.

**Kedua,** Kepada teman-teman seperjuangan, Nadia, Ihsani, dan Ajeng. Terima kasih kepada Nadia yang telah membantu dalam proses penelitian ini, dari proses survei lapangan, mencari sampel berkali-kali di Pasuruan, dan menemani hingga akhir sidang. Terima kasih juga untuk Ihsani dan Ajeng yang telah mengisi keseharian saya selama masa perkuliahan ini, membantu, mendukung, dan memotivasi hingga mencapai tahap ini. Semoga sukses dan semoga semua kebaikan dibalas oleh Allah SWT, aamiin.

**Ketiga,** Kepada seluruh dosen dan semua pihak di Jurusan Kimia yang telah membimbing dan memberikan banyak ilmu yang bermanfaat kepada saya. Terutama kepada Bu Diana selaku pembimbing penelitian, Bu Suci selaku konsultan penelitian, dan Bu Eny selaku wali dosen. Terima kasih atas semua nasehat dan ilmunya, semoga semua kebaikan yang diberikan mendapat balasan dari Allah SWT, aamiin.

**Keempat,** Kepada seluruh teman-teman Kimia Angkatan 2015 yang membantu dan mendukung dalam bentuk apapun. Juga kepada Kelompok Asam Sitrat yang telah menemani dari awal perkuliahan hingga akhir, saya mengucapkan terima kasih banyak. Semoga sukses dan semua kebaikan dibalas oleh Allah SWT, aamiin.

## 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 skripsi ini. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Besar Muhammad SAW yang merupakan pencetus kehidupan keadilan, merevolusi dunia, penuntun umat agar senantiasa berpegang teguh pada Al-Qur'an dan al-Hadist dan beliau telah membimbing kita dari jalan yang salah menuju ke jalan yang benar.

Penyusun mengucapkan syukur Alhamdulillah atas terselesaikannya skripsi dengan judul **“Penentuan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada Kerang Darah (*Anadara granosa*) dengan Metode *Microwave Digestion* menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).”** Skripsi ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban untuk jenjang S1 dalam tugas akhir.

Selama proses penyusunan skripsi ini, penyusun memperoleh banyak bimbingan, nasihat dan bantuan dari berbagai pihak. Penyusun mengucapkan banyak terima kasih pada kesempatan ini yaitu kepada:

1. Ayah dan ibu tercinta yang telah dan akan tetap memberikan banyak nasihat, doa dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan beserta keluarga besar yang telah memotivasi dan memberi semangat.
2. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag, selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si, selaku dosen pembimbing penelitian yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan skripsi ini.
5. Ibu Suci Amalia M.Sc, selaku dosen konsultan yang telah memberikan pengarahan, bimbingan dan nasehat kepada penyusun selama menyelesaikan skripsi ini.
6. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan,

pengalaman, wacana dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penyusun.

7. Semua mahasiswa Kimia Angkatan 2015 Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi dan masukannya kepada penyusun dalam menyelesaikan skripsi ini, khususnya untuk teman-teman setim penelitian yaitu Nadia dan Zainab.
8. Semua rekan-rekan dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasinya kepada penyusun.

Penulis menyadari akan kekurangan dan keterbatasan dalam penulisan skripsi ini. Oleh karena itu, diperlukan kritik dan saran yang membantu dalam upaya memperbaiki tulisan dan isi naskah sehingga menjadi lebih baik lagi. Semoga tugas pembuatan skripsi ini dapat menjadi acuan dalam pembelajaran dan bermanfaat bagi kita semuanya. Aamiin.

Wassalamualaikum wa Rahmatullahi wa Barakatuh

Malang, 05 Maret 2020

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xiv</b>
المستخلص .....	<b>xv</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	7
1.4 Manfaat Penelitian .....	8
1.5 Batasan Masalah .....	8
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Kerang .....	10
2.1.1 Taksonomi Kerang Darah .....	10
2.2 Akumulasi Logam Timbal (Pb) dalam Kerang .....	12
2.2.1 Toksisitas Logam Timbal (Pb) .....	14
2.2.2 Akumulasi Logam Timbal (Pb) dalam Tubuh .....	16
2.2.3 Dampak Bagi Kesehatan .....	17
2.3 Metode Destruksi Basah dan Variasi Larutan Pengoksidasi .....	18
2.3.1 Destruksi Basah Tertutup .....	19
2.3.2 Analisis Timbal (Pb) dengan Variasi Larutan Pengoksidasi pada Jenis Ikan dan Kerang .....	21
2.4 Analisis Timbal (Pb) secara Spektrofotometer Serapan Atom .....	22
2.5 Validasi Metode Analisis .....	29
2.5.1 Linearitas Kurva Baku .....	29
2.5.2 Limit Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ) .....	29
2.5.3 Analisis <i>One Way Anova</i> .....	32
2.6 Pencemaran Lingkungan dalam Perspektif Islam .....	33
<b>BAB III METODE PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Pelaksanaan .....	37
3.2 Alat dan Bahan .....	37
3.2.1 Alat .....	37
3.2.2 Bahan .....	37
3.3 Rancangan Penelitian .....	37

3.4 Tahapan Penelitian.....	39
3.5 Metode Penelitian .....	39
3.5.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel .....	39
3.5.2 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	40
3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb) .....	40
3.5.4 Penentuan Jenis Larutan Pengoksidasi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel Kerang Darah ( <i>Anadara granosa</i> ) .....	40
3.5.5 Penentuan Suhu Destruksi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel Kerang Darah ( <i>Anadara granosa</i> ).....	41
3.5.6 Penentuan Waktu Destruksi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel Kerang Darah ( <i>Anadara granosa</i> ).....	42
3.5.7 Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada masing-masing Ukuran Sampel Kerang Darah ( <i>Anadara granosa</i> ).....	43
3.5.8 Validasi Metode Analisis .....	44
3.6 Analisis Data dalam Perspektif Islam .....	47
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel .....	48
4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb) .....	49
4.3 Penentuan Larutan Pendestruksi Terbaik .....	51
4.4 Penentuan Suhu Destruksi Terbaik .....	54
4.5 Penentuan Waktu Destruksi Terbaik .....	56
4.6 Penentuan Kadar Timbal dalam Kerang Darah Berdasarkan Ukuran	57
4.7 Kajian Hasil Penelitian Timbal menurut Perspektif Islam .....	62
<b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1 Kesimpulan .....	67
5.2 Saran .....	67
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>69</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>79</b>

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Kerang Darah. ....	11
Gambar 2.2 Diagram Spektrofotometer Serapan Atom.....	23
Gambar 2.3 Kurva Standar.....	28
Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb) .....	50
Gambar 4.2 Grafik Kadar Timbal Variasi Larutan Pendestruksi .....	52
Gambar 4.3 Grafik Kadar Timbal Variasi Suhu Destruksi .....	54
Gambar 4.4 Grafik Kadar Timbal Variasi Waktu Destruksi .....	56
Gambar 4.5 Grafik Kadar Timbal Berdasarkan Variasi Ukuran .....	57
Gambar 4.6 Reaksi Ikatan Kompleks Logam Timbal dengan Protein .....	61



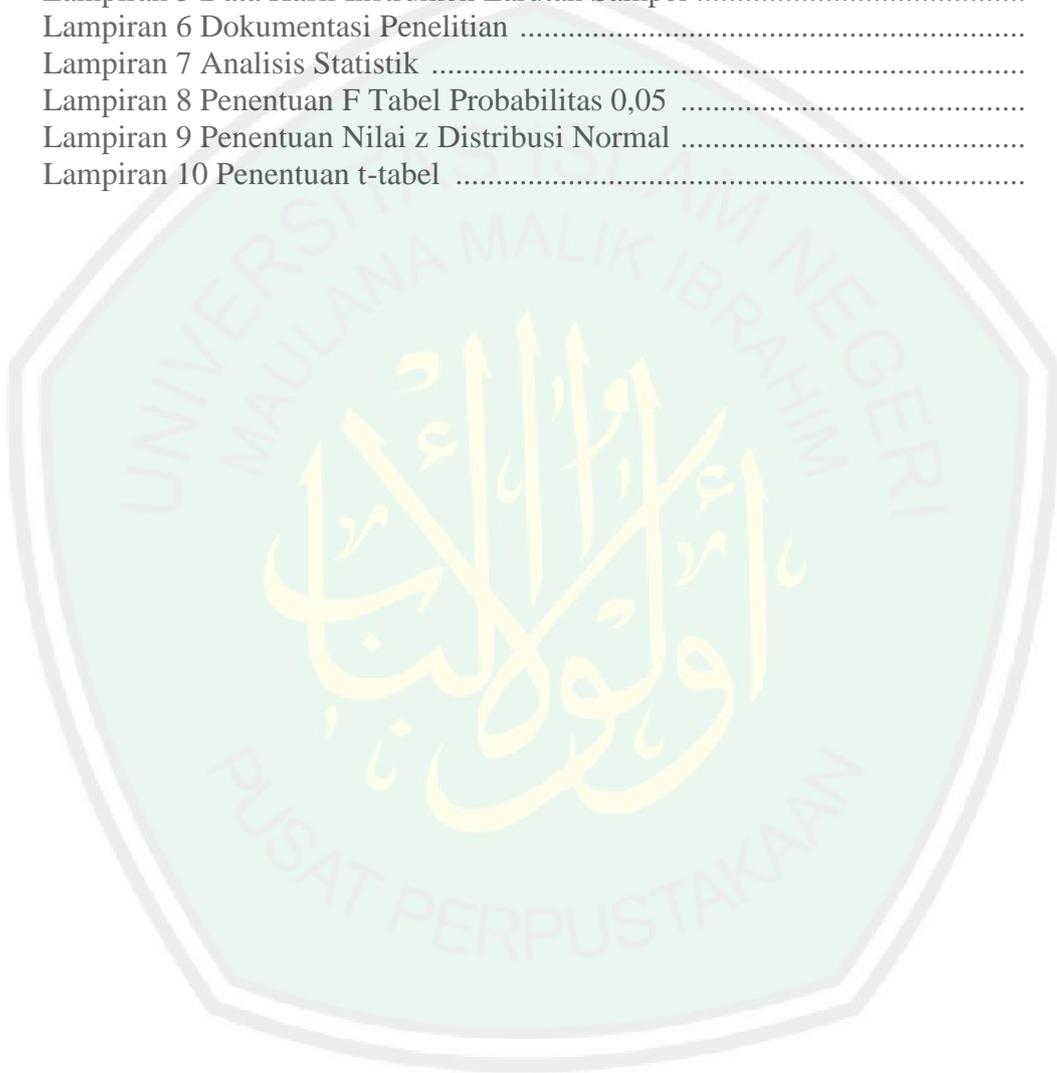
## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kondisi SSA untuk Analisis Logam Timbal (Pb).....	26
Tabel 3.1 Variasi Larutan Pendestruksi .....	41
Tabel 3.2 Variasi Suhu Destruksi.....	42
Tabel 3.3 Variasi Waktu Destruksi .....	43
Tabel 3.4 Variasi Ukuran Kerang .....	44
Tabel 4.1 Hasil Uji <i>One way Anova</i> Variasi Larutan Pendestruksi .....	53
Tabel 4.2 Hasil Uji <i>One way Anova</i> Variasi Suhu Destruksi .....	55
Tabel 4.3 Hasil Uji <i>One way Anova</i> Variasi Waktu Destruksi .....	56
Tabel 4.4 Hasil Uji <i>One way Anova</i> Variasi Ukuran Kerang .....	58



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian .....	79
Lampiran 2 Diagram Alir.....	80
Lampiran 3 Perhitungan.....	85
Lampiran 4 Hasil Uji Kurva Standar .....	89
Lampiran 5 Data Hasil Instrumen Larutan Sampel .....	91
Lampiran 6 Dokumentasi Penelitian .....	100
Lampiran 7 Analisis Statistik .....	102
Lampiran 8 Penentuan F Tabel Probabilitas 0,05 .....	115
Lampiran 9 Penentuan Nilai z Distribusi Normal .....	116
Lampiran 10 Penentuan t-tabel .....	117



## ABSTRAK

Natasya, R. 2020. **Penentuan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada Kerang Darah (*Anadara granosa*) dengan Metode *Microwave Digestion* menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing 1: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing 2: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I; Konsultan: Suci Amalia, M.Sc.

---

**Kata kunci:** Timbal (Pb), Kerang Darah (*Anadara granosa*), *Microwave Digestion*

Kerang darah (*Anadara granosa*) adalah salah satu jenis biota laut yang mengandung protein dan dikonsumsi masyarakat. Kerang ini hidup di daerah perairan Pantai Lekok, Kabupaten Pasuruan. Adanya aktivitas nelayan di perairan dan limbah-limbah industri maupun rumah tangga yang masuk ke dalam pantai membuat kerang terkontaminasi logam timbal (Pb). Kadar logam timbal (Pb) ini dapat dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) yang diawali dengan destruksi tertutup menggunakan *microwave*.

Penelitian ini bertujuan untuk menentukan larutan pendestruksi, suhu, dan waktu destruksi terbaik untuk menentukan kadar timbal pada variasi ukuran kerang darah. Variasi komposisi larutan pendestruksi yang digunakan adalah  $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$  (1:1),  $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$  (2:1), dan  $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$  (3:1), variasi suhu destruksi yang digunakan adalah 160, 180, dan 200° C, dan variasi waktu destruksi yang digunakan adalah 15, 30, dan 40 menit. Hasil larutan pendestruksi, suhu, dan waktu destruksi terbaik akan digunakan untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) pada kerang darah berukuran kecil (1,0-2,0 cm), sedang (2,1-3,0 cm), maupun besar (> 3 cm). Pengaruh beberapa variasi terhadap kadar timbal (Pb) dalam kerang dianalisa menggunakan uji *one way anova*. Hasil larutan pendestruksi dan suhu destruksi terbaik dengan hasil kadar timbal tertinggi pada kerang adalah  $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) pada suhu 200° C. Sedangkan hasil waktu destruksi terbaik tidak dapat diperoleh karena tidak ada pengaruh variasi waktu destruksi terhadap kadar timbal dalam sampel. Hasil rata-rata kadar logam timbal (Pb) dalam kerang darah berukuran kecil (1,0-2,0 cm), sedang (2,1-3,0 cm), dan besar (> 3 cm) secara berurutan adalah 0,646 mg/kg; 1,750 mg/kg; 1,198 mg/kg. Kadar timbal (Pb) dalam kerang darah berukuran sedang (2,1-3,0 cm) melebihi ambang batas yang ditetapkan oleh SNI sebesar 1,5 mg/kg.

## ABSTRACT

Natasya, R. 2020. **Determination of Lead (Pb) in Blood Clam (*Anadara granosa*) with Microwave Digestion using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)**. Chemistry Departement, Faculty of Science and Technology Islamic State University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Adviser 1: Diana Candra Dewi, M.Si; Adviser 2: M. Mukhlis Fahrudin, M.S.I; Consultant: Suci Amalia, M.Sc.

---

**Keywords:** Lead (Pb), Blood Clam (*Anadara granosa*), Microwave Digestion

Blood clam (*Anadara granosa*) is a type of marine biota that contains protein and is consumed by the public. This clam lives in the waters of Lekok Beach, Pasuruan Regency. The existence of fishing activities in the waters and industrial and household wastes that enter the beach make the shells contaminated with lead metal (Pb). Lead (Pb) metal content can be analyzed using atomic absorption spectroscopy (AAS) which begins with closed destruction using a microwave.

This study aims to determine the best solution, temperature, and digestion time to determine lead levels in variations in the size of blood shells. The variation of the composition of the reducing agent used is  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1),  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (2:1), and  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (3:1), the variation of the destruction temperature used is 160, 180, and 200° C, and the destruction time variations used are 15, 30, and 40 minutes. The best destructing solution, temperature, and digestion time will be used to determine the levels of lead metal (Pb) in small (1.0-2.0 cm), moderate (2.1-3.0 cm) blood vessels, or large (> 3 cm). The effect of some variations on lead levels (Pb) in shellfish was analyzed using the one way annova test. The best destructing solution results and the destruction temperature with the highest lead content in the shells are  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) at 200° C. While the best digestion time results cannot be obtained because there is no influence of the destruction time variation on the lead content in the sample. The average yield of lead metal (Pb) in small-sized (1.0-2.0 cm), medium (2.1-3.0 cm), and large (> 3 cm) blood shells, respectively, was 0.646 mg/kg; 1,750 mg/kg; 1,198 mg/kg. Lead levels (Pb) in medium-sized blood shells (2.1-3.0 cm) exceed the threshold set by SNI of 1.5 mg/kg.

## المستخلص

ناتشا، رحمة. ٢٠٢٠. تعيين مقدار رصاص المعدن الثقيل في ققط الدم بمنهجية هضم الموجة المكروية باستخدام مطيافية الامتصاص الذري. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: ديانة جاندرادوي، الماجستير؛ المشرف الثاني: محمد مخلص فخر الدين، الماجستير؛ المستشار: سوجي أماليا

### الكلمات الرئيسية: الرصاص، ققط الدم، هضم الموجة المكروية

يعتبر ققط الدم من إحدى الكائنات البحرية التي تحتوي على بروتين ويأكله الناس. يعيش هذا الققط في شاطئ ليكوك، دائرة باسوروان. فوجود الأنشطة من قبل البحار ونفايات المصانع التي تتسرب في البحر تجعل ققط الدم متلوثا برصاص المعدن الثقيل. ويمكن تحليل مقدار رصاص المعدن الثقيل باستخدام مطيافية الامتصاص الذري ويسبقه الإتلاف المغلق باستخدام الموجة المكروية.

يهدف هذا البحث إلى تعيين المحلول المتلف، درجة الحرارة، وموعد الإتلاف الأفضل لتعيين مقدار الرصاص في نوعية حجم الققط الدم. نوعية المركبات لمحلول المتلف المستخدمة هي  $H_2O_2 : HNO_3$  (١:١)،  $H_2O_2 : HNO_3$  (١:٢) و  $H_2O_2 : HNO_3$  (١:٣)، بنوعية درجة الحرارة من ١٦٠، ١٨٠، و ٢٠٠° سيلسيوس، ونوعية المواعيد المتلفة المستخدمة هي ١٥، ٣٠، و ٤٠ دقيقة. فنتائج المحلول المتلف، درجة الحرارة وموعد الإتلاف تستخدم لتعيين مقدار رصاص المعدن الثقيل في الققط الدم بحجم صغير (١-٢ سنتي مترا)، حجم معتدل (٢-٣ سنتي مترا)، أو حجم كبير (> من ٣ سنتي مترا). ويتم تحليل تأثير بعض النوعيات إلى مقدار رصاص المعدن الثقيل باختبار أحادي الاتجاه أنوفا. فنتائج المحلول المتلف و درجة الحرارة الأفضل بحصيلة مقدار الرصاص الأرفع لدى الققط الدم هي  $H_2O_2 : HNO_3$  (١:١) في ٢٠٠°. فالنتائج المعتدلة لمقدار رصاص المعدن في ققط الدم بحجم صغير (١-٢ سنتي مترا)، حجم معتدل (٢-٣ سنتي مترا)، أو حجم كبير (> من ٣ سنتي مترا) على التوالي هي ٠,٦٤٦ ميلليغرام/كيلوغرام؛ ١,٧٥٠ ميلليغرام/كيلوغرام؛ و ١,١٩٨ ميلليغرام/كيلوغرام. فمقدار رصاص المعدن الثقيل في ققط الدم بحجم معتدل (٢-٣ سنتي مترا) أكثر من الحدود المعينة من المعيار الوطني الإندونيسي بنتيجة ١,٥ ميلليغرام/كيلوغرام.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kerang darah (*Anadara granosa*) merupakan salah satu jenis kerang yang digemari masyarakat karena mengandung banyak protein dan lemak (Daluningrum, 2009). Selain itu, kerang ini juga kaya akan zat besi yang berfungsi untuk membentuk sel-sel darah yang hilang, dan berperan sebagai sumber alternatif asam lemak, omega, dan vitamin (Hasyimi, dkk., 2018).

Habitat hidup kerang darah dapat ditemukan di wilayah perairan seperti pantai. Pantai Lekok adalah salah satu pantai penghasil kerang yang terletak di Desa Lekok, Kabupaten Pasuruan, Jawa Timur. Letak Pantai Lekok ini dekat dengan beberapa industri seperti industri bahan makanan, industri pengalengan ikan dan industri gula yang berpotensi menghasilkan limbah industri yang dapat mencemari perairan Pantai Lekok, serta limbah yang dihasilkan dari bahan bakar perahu motor di pelabuhan Lekok. Selain itu, pantai ini juga terletak di sekitar pemukiman penduduk sehingga peluang tercemarnya limbah rumah tangga seperti sampah-sampah dan deterjen serta korosi pipa-pipa air semakin meningkat.

Limbah-limbah tersebut mengandung beberapa jenis logam berat yang dapat terakumulasi ke dalam biota laut yang hidup di dalamnya. Kerang merupakan salah satu jenis biota laut yang paling efisien dalam mengakumulasi logam berat karena merupakan hewan *filter feeder* yang hidup di dasar perairan dan terbenam dalam substrat berlumpur (Sasnika, dkk., 2017), serta sumber makanannya yang berupa fitoplankton, zooplankton, dan tumbuhan renik (Eshmat, dkk., 2014), sehingga

kemungkinan untuk menghindari bahan pencemar yang mencemari lingkungan hidupnya sangat kecil dan peluang masuknya logam ke dalam tubuh kerang sangat besar.

Logam berat yang terakumulasi dalam kerang sebagian besar disebabkan karena pencemaran limbah akibat aktivitas manusia. Aktivitas manusia yang semakin meningkat untuk memenuhi kebutuhan saat ini menyebabkan dampak yang merugikan makhluk hidup di darat maupun di laut. Hal ini dibuktikan dengan firman Allah SWT dalam QS. Ar-Rum (30) ayat 41 yang berbunyi:

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

Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut diakibatkan perbuatan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”

Berdasarkan ayat di atas, Allah SWT menegaskan bahwa kerusakan yang terjadi di daratan dan lautan disebabkan oleh perbuatan manusia yang seharusnya disadari. Salah satunya yaitu pencemaran lingkungan di wilayah perairan oleh pembuangan limbah-limbah industri maupun rumah tangga yang mengandung zat-zat kimia berbahaya seperti logam berat dan terakumulasi dalam biota laut sehingga memberi dampak negatif bagi kehidupan manusia dan biota laut. Oleh karena itu, kita sebagai manusia harus dapat memanfaatkan, mengelola, serta memelihara alam semesta dan segala ciptaan-Nya demi kelangsungan hidup manusia dan makhluk hidup lainnya.

Salah satu logam berat yang bersifat sebagai pencemar dan bersifat toksik dalam tubuh adalah timbal (Pb) (Palar, 2004). Timbal (Pb) dapat diperoleh dari bahan bakar bensin pada perahu motor yang mengandung *Tetra Ethyl Lead* (TEL)

dan *Tetra Methyl Lead* (TML) (Ardillah, 2016), asap kendaraan berupa  $PbCl_2$ ,  $PbBr_2$ , dan  $PbO_x$  (Palar, 2004), dan penggunaan Pb asetat dalam uji laboratorium industri gula. Pemaparan timbal (Pb) terhadap tubuh dapat menyebabkan kerusakan organ tubuh meliputi sistem saraf, sistem pembentukan darah, ginjal, jantung, dan sistem reproduksi. Akumulasi kadar timbal yang tinggi dalam darah akan mengakibatkan sindroma saluran pencernaan, kerusakan ginjal, anemia, kerusakan saraf pusat, dan perubahan tingkah laku (Amaral, dkk., 2010).

Menurut Ristanti, dkk (2013), batas maksimum akumulasi logam Pb berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) No. 7387 untuk pangan jenis kerang-kerangan (bivalvia), moluska, dan teripang adalah 1,5 mg/kg (1,5 ppm). Namun, dalam penelitian yang dilakukan oleh Rahmawati (2015); Haryono, dkk (2017); dan Afiati (2005), kadar logam timbal dalam kerang melebihi batas yang ditetapkan oleh SNI yaitu sebesar 3,81;  $1,5703 \pm 1,4662$ ; dan 16,78 mg/kg. Hal ini menunjukkan bahwa biota perairan sangat rentan terhadap kontaminasi logam berat dalam perairan.

Secara teoritis, semakin besar cangkang suatu kerang maka semakin tua umur kerang tersebut. Pertambahan umur ini berkaitan dengan semakin besarnya ukuran suatu organisme, sehingga semakin besar ukuran biota air, maka akumulasi logam berat semakin meningkat (Hutagalung, 1991). Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan oleh Andrew, dkk (2014) kandungan logam Pb tertinggi terdapat pada ukuran cangkang sedang (70-78 mm), kecil (57-69 mm), dan besar (80-90 mm) berturut-turut yaitu  $10,10 \pm 0,16$ ;  $9,50 \pm 0,48$ ; dan  $8,25 \pm 0,48$  mg/kg, begitu juga pada penelitian Yaqin (2014), kadar logam Pb tertinggi yang diperoleh terdapat pada ukuran cangkang sedang (4-6 cm), besar (6-8 cm), dan kecil (2-4 cm) sebesar

0,792; 0,37; dan 0,107 mg/kg. Hasil yang diperoleh tidak sesuai dengan teori, namun sesuai dengan pernyataan oleh Rudiyanthi (2009) dan Aunurohim (2006) yang menyatakan bahwa kerang yang berukuran kecil memiliki kemampuan akumulasi yang lebih besar dibandingkan dengan kerang yang berukuran lebih besar karena proses pertumbuhan dan perkembangan kerang telah mengalami puncaknya pada tahap ukuran sedang (masa produktif), dan mengalami penurunan perkembangan pada tahap ukuran besar. Menurut Latifah (2011), ukuran kerang dewasa berdiameter 6-9 cm, sedangkan Adriyani dan Mahmudiono (2009) mengatakan ukuran kerang darah berkisar antara 2-4,5 cm. Dari hasil penelitian sebelumnya, perlu adanya penentuan kadar Pb dengan beberapa variasi ukuran kerang darah. Variasi yang dilakukan yaitu berukuran kecil (1,0-2,0 cm), ukuran sedang (2,1-3,0 cm), dan ukuran besar (lebih dari 3 cm).

Metode yang digunakan untuk menganalisis kandungan logam berat timbal (Pb) dalam kerang darah adalah metode destruksi basah tertutup menggunakan *microwave digestion*. Metode ini dilakukan dengan adanya penambahan asam kuat sebagai reagen pendestruksi dalam sistem tertutup yang akan menyebabkan peningkatan suhu dan tekanan dalam kondisi pH rendah, kemudian dekomposisi termal pada sampel akan meningkat sehingga logam akan larut. Keunggulan metode ini antara lain membutuhkan waktu yang lebih singkat dan lebih efisien (Gholami, dkk., 2016), menggunakan suhu tinggi dan mencegah hilangnya unsur-unsur volatil (Esen dan Balci, 2008), serta menghasilkan kualitas destruksi yang lebih baik dengan resiko kontaminasi rendah dibandingkan metode destruksi terbuka seperti *hot plate* (Berghof, 2005). Hal ini dibuktikan dengan salah satu penelitian yang dilakukan oleh Dimpe, dkk (2015), mengenai analisis logam pada

air limbah dan lumpur yang menunjukkan perbandingan *%recovery* (tingkat akurasi) antara *microwave digestion* dan *hot plate* yaitu 94-104% dan 34%-90%. Selain itu Geana, dkk (2011), menganalisis logam Pb dalam tanah menggunakan metode *microwave digestion* menghasilkan konsentrasi sebesar  $19,6 \pm 4,3$  mg/kg sedangkan pada metode *hot plate* sebesar  $13,2 \pm 3$  mg/kg.

Demirel, dkk (2008) mengatakan bahwa campuran asam  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dapat menghasilkan *recovery* paling tinggi dibandingkan dengan campuran asam  $\text{HNO}_3\text{-HCl}$ , dan  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$ . Penggunaan asam mineral dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  akan mendekomposisi sampel organik secara sempurna (Muinde, dkk., 2013). Beberapa penelitian mengenai analisis logam Pb dalam ikan menurut Hassan, dkk (2015) menggunakan larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) menghasilkan kadar timbal sebesar  $9,000 \pm 3,225$  mg/kg, sedangkan hasil yang diperoleh pada penelitian Hamilton, dkk (2007) dengan larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (2:1) sebesar  $3,68 \pm 2,74$  mg/kg. Selain itu, penggunaan variasi larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (3:1) dalam kerang menghasilkan kadar timbal  $0,01723\text{-}0,70335$  mg/kg (Jarapala, dkk., 2014). Begitu juga dengan analisis timbal yang dilakukan oleh Nurjannah (2017) dalam kerang darah menghasilkan kadar sebesar 1,1267; 0,0939; 0,4692 mg/kg dan hasil kadar timbal yang diperoleh Emawati, dkk (2015) dalam kerang darah dan kerang hijau sebesar  $33,64 \pm 4,66$  dan  $13,98 \pm 1,92$  mg/kg. Beberapa hasil analisis kadar timbal yang diperoleh melebihi standar, sehingga pada penelitian ini akan dilakukan penentuan kadar logam Pb dalam kerang dengan variasi larutan pendestruksi menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan komposisi yang berbeda.

Analisis logam timbal (Pb) pada kerang darah menggunakan *microwave digestion* ini juga dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu suhu dan waktu karena

titik didih Pb yang sangat tinggi. Menurut Low, dkk (2012), penggunaan variasi suhu destruksi 160° C, 180° C, dan 200° C pada ikan menggunakan *microwave digestion* menghasilkan suhu terbaik yaitu 180-183° C dengan nilai *recovery* 105%. Sedangkan variasi waktu yang digunakan dalam penelitian Lazarus, dkk (2013) selama 15, 30, dan 40 menit pada hati sapi menghasilkan waktu destruksi terbaik 30 menit dengan nilai *recovery* 105%. Sehingga variasi suhu yang dilakukan pada penelitian ini yaitu 160° C, 180° C, dan 200° C dan untuk variasi waktu 15, 30, dan 40 menit.

Metode analisis secara kuantitatif dapat diukur berdasarkan penyerapan panjang gelombang tertentu oleh atom logam menggunakan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Metode ini dapat digunakan untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dipaparkan, maka rumusan masalah yang dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Apa variasi komposisi zat pendestruksi terbaik yang digunakan pada proses destruksi menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada kerang darah (*Anadara granosa*)?
2. Berapakah variasi suhu dan waktu terbaik yang digunakan pada proses destruksi menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada kerang darah (*Anadara granosa*)?
3. Berapakah kadar logam berat timbal (Pb) dalam spesies kerang darah (*Anadara granosa*) dengan menggunakan metode destruksi basah tertutup (*microwave*

*digestion*) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) berdasarkan variasi ukuran kerang?

4. Bagaimana hasil validasi kurva baku logam timbal (Pb) menggunakan parameter linearitas, batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Untuk mengetahui variasi komposisi zat pendestruksi terbaik yang digunakan pada proses destruksi menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada kerang darah (*Anadara granosa*)
2. Untuk mengetahui variasi suhu dan waktu terbaik yang digunakan pada proses destruksi menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada kerang darah (*Anadara granosa*)
3. Untuk mengetahui kadar logam berat timbal (Pb) dalam spesies kerang darah (*Anadara granosa*) dengan menggunakan metode destruksi basah tertutup (*microwave digestion*) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) berdasarkan variasi ukuran kerang
4. Untuk mengetahui hasil validasi kurva baku logam timbal (Pb) menggunakan parameter linearitas, batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)

### 1.4 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Memberikan informasi mengenai variasi komposisi zat pendestruksi terbaik yang digunakan pada proses destruksi menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada kerang darah (*Anadara granosa*)
2. Memberikan informasi mengenai variasi suhu dan waktu terbaik yang digunakan pada proses destruksi menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam berat timbal (Pb) pada kerang darah (*Anadara granosa*)
3. Memberikan informasi mengenai kadar logam berat timbal (Pb) dalam spesies kerang darah (*Anadara granosa*) dengan menggunakan metode destruksi basah tertutup (*microwave digestion*) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) berdasarkan variasi ukuran kerang
4. Memberikan informasi mengenai hasil validasi kurva baku logam timbal (Pb) menggunakan parameter linearitas, batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ)

### 1.5 Batasan Masalah

Untuk mendapatkan hasil penelitian yang lebih terarah, diperlukan batasan masalah. Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang digunakan merupakan kerang darah yang diperoleh dari Pantai Lekok Kabupaten Pasuruan
2. Destruksi yang digunakan adalah destruksi basah tertutup menggunakan metode *microwave digestion*
3. Variasi komposisi zat pendestruksi yang digunakan dalam analisa cemaran logam berat timbal (Pb) secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah 5

mL  $\text{HNO}_3$  + 5 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1), 8 mL  $\text{HNO}_3$  + 4 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (2:1), dan 9 mL  $\text{HNO}_3$  + 3 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  (3:1)

4. Variasi suhu dan waktu yang digunakan dalam analisa cemaran logam berat timbal (Pb) secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah  $160^\circ\text{C}$ ,  $180^\circ\text{C}$ , dan  $200^\circ\text{C}$ . Sedangkan untuk variasi waktu 15, 30, dan 40 menit



## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Kerang**

Kerang merupakan salah satu biota yang hidup di kawasan pesisir pantai. Menurut Weisz (1973) ciri-ciri umum Bivalvia (Kerang) yaitu hewan lunak, menetap pada sedimen, umumnya hidup di laut meskipun ada yang hidup di air tawar, mempunyai tonjolan di bagian dorsal, tidak memiliki tentakel, kaki otot berbentuk seperti lidah, terdiri dari mulut dan palps (lembaran berbentuk seperti bibir), memiliki radula, insang, dilengkapi dengan silis untuk filter feeding (makan dengan menyaring luatan), alat kelamin terpisah atau ada yang hermiprodit, perkembangan lewat trocophora dan viliger pada perairan laut dan tawar.

Bivalvia atau lebih dikenal dengan nama kerang-kerangan, mempunyai dua keping atau belahan kanan dan kiri yang disatukan oleh satu engsel yang bersifat elastis disebut ligamen dan mempunyai dua otot yaitu abduktor dan adduktor dalam cangkangnya, yang berfungsi untuk membuka dan menutup kedua belahan cangkang tersebut (Barnes, dkk., 1985).

##### **2.1.1 Taksonomi Kerang Darah (*Anadara granosa*)**

Kerang darah (*Anadara granosa*) merupakan salah satu jenis kerang yang terdapat di pantai laut pada substrat lumpur berpasir dengan kedalaman 10-30 m (Suwignyo, dkk., 2005). Menurut Broom (1985), kerang darah dapat hidup di perairan dengan suhu optimum 20-30 °C serta salinitas 26-31 ppt. Selain itu, kerang ini hidup berkelompok dan umumnya banyak ditemukan pada substrat yang kaya kadar organik. Adapun taksonomi dari kerang darah adalah sebagai berikut:

Filum : Mollusca  
Kelas : Bivalvia  
Ordo : Arcoida  
Famili : Arcidae  
Subfamili : Anadarinae  
Genus : Anadara  
Species : *Anadara granosa*



Gambar 2.1 Kerang Darah

Kerang darah disebut *Anadara granosa* karena kelompok kerang ini memiliki pigmen darah merah (haemoglobin) yang disebut *bloody cockles*. Kerang ini memiliki cairan haemoglobin yang berfungsi mengikat oksigen dalam daging kerang, sehingga kerang ini dapat hidup pada kondisi kadar oksigen yang relatif rendah. Kerang darah masih bisa hidup setelah dipanen walaupun tanpa air (Nurjanah, dkk., 2005).

Secara umum bagian tubuh kerang dibagi menjadi lima, yaitu kaki (foot, byssus), Kepala (*Head*), bagian alat pencernaan dan reproduksi (*visceral*), selaput (*mantle*), dan cangkang (*shell*). Pada bagian kepala, terdapat organ-organ syaraf sensorik dan mulut, sedangkan bagian kaki merupakan bagian utama alat gerak dan

otot yang mudah berkontraksi. Adapun cangkang kerang memiliki warna dan bentuk yang bervariasi tergantung pada jenis, makanan, dan habitatnya.

Menurut Daluningrum (2009), kandungan gizi dalam 40 gram kerang darah terdiri dari protein 11,84%, lemak 0,60%, air 81,81%, dan kadar abu sebanyak 2%. Selain itu, kerang kaya akan asam sitrat, asam suksinat, dan asam glikolat yang memberikan energi sebagai kalori. Kerang juga mengandung enzim tiaminase dalam jumlah besar yang dapat merusak vitamin B1 jika dikonsumsi dalam keadaan mentah. Nurjanah, dkk (2005) mengatakan bahwa kerang darah mengandung mineral yang bermanfaat sebagai antioksidan, seperti tembaga (Cu), zat besi (Fe), Seng (Zn), dan Selenium (Se). Kerang darah juga mengandung Ca yang berperan dalam pembentukan tulang dan gigi, terutama pada masa pertumbuhan dan ibu hamil.

## **2.2 Akumulasi Logam Timbal (Pb) dalam Kerang**

Biota perairan yang mempunyai peranan paling tinggi dalam penyerapan logam berat di perairan adalah jenis krustasea seperti kerang, kepiting dan beberapa jenis udang. Populasi jenis biota laut seperti kerang cukup besar di perairan Indonesia dan merupakan sumber bahan makanan yang cukup banyak dikonsumsi oleh masyarakat karena harganya yang terjangkau dan berfungsi sebagai sumber protein (Nurjannah, 2017).

Menurut Palar (1994), timbal (Pb) dan persenyawaannya dapat berada di dalam badan perairan secara alamiah dan sebagai dampak dari aktivitas manusia, seperti air buangan dari limbah rumah tangga, limbah industri, maupun bahan bakar transportasi laut. Secara alamiah, logam Pb dapat masuk ke badan perairan melalui

pengkristalan Pb di udara dengan bantuan air hujan dan proses korosifikasi dari batuan mineral akibat hempasan gelombang dan angin. Senyawa Pb yang masuk ke dalam perairan dapat ditemukan dalam bentuk ion-ion divalen atau ion-ion tetravalen ( $Pb^{2+}$ ,  $Pb^{4+}$ ). Badan perairan yang telah kemasukan senyawa atau ion-ion Pb akan melebihi konsentrasi yang semestinya sehingga dapat mengakibatkan kematian bagi biota perairan.

Proses pengendapan terutama logam-logam berat yang tersebar di perairan akan terakumulasi dalam sedimen kemudian akan terakumulasi pada biota yang ada di dalam perairan salah satunya yaitu kerang. Kerang dapat mengakumulasi logam berat karena mempunyai sifat mobilitas yang rendah dan bersifat *filter feeder*, hal ini menyebabkan kerang sering digunakan sebagai bioindikator dalam pemantauan tingkat akumulasi logam berat pada organisme laut. Akumulasi logam berat timbal (Pb) sering terjadi pada kerang mentah dan menyebabkan keracunan bagi masyarakat yang mengkonsumsinya karena toksisitasnya yang tinggi (Nurjannah, 2017).

Akumulasi Pb dalam kerang terjadi karena penyerapan timbal dari air media oleh kerang sehingga timbal akan terakumulasi pada jaringan lunak kerang. Unsur logam dapat masuk ke dalam tubuh biota laut melalui tiga cara yaitu, melalui rantai makanan, insang, dan difusi melalui permukaan kulit. Semakin tinggi ketersediaan logam timbal di perairan maka semakin tinggi pula tingkat bioakumulasinya, dan kecepatan penyerapan secara langsung untuk beberapa logam sesuai dengan tingkatan ketersediaannya (konsentrasi) di lingkungannya (Prasetya, dkk., 2006). Logam berat bersifat mudah mengikat dan mengendap di dasar perairan, serta bersatu dengan sedimen. Sehingga seiring berjalannya waktu, logam Pb ini juga

akan terakumulasi di dalam tubuh biota (kerang) yang hidup dan mencari makan di dalamnya (Amriani dan Hadiyanto, 2011).

Perbedaan kandungan logam berat pada kerang dapat dipengaruhi oleh ukuran kerang. Rudiyaniti (2009) menyatakan bahwa kerang berukuran kecil memiliki kemampuan akumulasi yang lebih besar dibandingkan dengan kerang yang berukuran lebih besar sehingga semakin besar ukuran kerang maka diduga semakin baik pula kemampuannya dalam mengeliminasi logam berat. (Suseno, 2006) menyebutkan bahwa moluska berukuran kecil (muda) memiliki kemampuan untuk mengambil kontaminan lebih cepat dibandingkan moluska berukuran besar (tua) sehingga konsentrasi yang terdeteksi pada kerang berukuran kecil akan lebih tinggi dibandingkan dengan konsentrasi logam berat dalam kerang berukuran besar. Hal ini dibuktikan oleh penelitian Niswari (2004) yang menemukan bahwa kerang hijau berukuran kurang dari 3 cm memiliki nilai indeks kematangan gonad paling tinggi yang menandakan bahwa kerang tersebut siap melakukan proses reproduksi. Proses reproduksi membutuhkan energi yang lebih banyak, sehingga kerang pada selang ukuran 1.9–2.3 cm diduga menyerap lebih banyak makanan dari lingkungan sehingga memicu peningkatan akumulasi logam berat dalam tubuh kerang.

### **2.2.1 Toksisitas Logam Timbal (Pb)**

Logam berat dapat mengendapkan senyawa fosfat biologis atau mengkatalis penguraiannya (Miettinen, 1977). Menurut Kementerian Negara Kependudukan dan Lingkungan Hidup (1990) dalam Marganof (2003), logam berat yang bersifat toksik tinggi terdiri dari atas unsur-unsur Hg, Cd, Pb, Cu, dan Zn. Sedangkan, Darmono (1995) menyatakan bahwa daftar urutan toksisitas logam dari paling

tinggi ke paling rendah terhadap manusia yang mengkonsumsi ikan adalah  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Ag}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{As}^{2+}$ ,  $\text{Cr}^{2+}$ ,  $\text{Sn}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ .

Timbal (Pb) atau yang biasa disebut timah hitam merupakan salah satu jenis logam berat lunak yang berwarna abu-abu mengkilat, memiliki bilangan oksidasi 2+, mudah dibentuk, dan memiliki sifat kimia yang aktif, sehingga biasanya digunakan untuk melapisi logam untuk mencegah perkaratan (Sunarya, 2007). Selain itu, timbal (Pb) memiliki sifat-sifat fisik seperti nomor atom 82, berat atom 207,20, densitas  $11,34 \text{ g/cm}^3$ , titik lebur  $327,46 \text{ }^\circ\text{C}$ , dan titik didih yang tinggi yaitu  $1749 \text{ }^\circ\text{C}$  (Widowati, dkk., 2008). Menurut Palar (1994), logam timbal (Pb) akan menguap pada suhu  $500\text{-}600 \text{ }^\circ\text{C}$  membentuk oksigen di udara dalam bentuk timbal oksida. Logam ini akan membentuk logam yang lebih bagus daripada logam murninya dan lebih padat dari logam lain jika dicampurkan dengan logam-logam lainnya (Darmono, 1995).

Logam Timbal (Pb) merupakan logam non esensial yang sifatnya sangat toksik, sehingga apabila logam ini masuk ke dalam tubuh dapat mengganggu fungsi enzimatis dan proses regenerasi seluler (Palar, 2004). Logam timbal berbahaya karena bersifat karsinogenik, toksisitasnya tidak berubah, dan terurai dalam waktu yang lama (Brass dan Strauss, 1981). Namun, logam timbal juga memiliki manfaat yaitu digunakan dalam industri penambangan, baterai, cat, serta zat tambahan dalam bahan bakar kendaraan bermotor yang berfungsi sebagai *antiknock* pada mesin (Ardyanto, 2005).

Timbal ini juga terdapat dalam bahan bakar mesin perahu motor yang digunakan para nelayan untuk mencari ikan, sehingga tidak menutup kemungkinan logam ini dapat masuk ke perairan melalui sumber alamiah ataupun aktivitas yang

dilakukan manusia. Bahan pencemar yang masuk ke muara sungai akan tersebar dan akan mengalami proses pengendapan, sehingga terjadi penyebaran zat pencemar (Erlangga, 2007).

### 2.2.2 Akumulasi Logam Timbal (Pb) dalam Tubuh

Timbal merupakan salah satu logam berat yang sangat berbahaya dan dapat menyebabkan keracunan (toksisitas) pada makhluk hidup. Racun ini bersifat kumulatif, artinya sifat racunnya timbul apabila terakumulasi dalam jumlah yang cukup besar dalam tubuh makhluk hidup. Hal ini menunjukkan bahwa sesuatu yang dikonsumsi secara berlebihan tidak baik. Hal ini juga dijelaskan sesuai dengan firman Allah dalam QS. Al-A'raaf (7) ayat 31:

يَا بَنِي آدَمَ خُذُوا زِينَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوا وَاشْرَبُوا وَلَا تُسْرِفُوا ۚ إِنَّهُ لَا يُحِبُّ  
الْمُسْرِفِينَ

Artinya: “Hai anak adam, pakailah pakaianmu yang indah setiap (memasuki) masjid, makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebihan”.

Menurut Tafsir Ath-Thabari (2008), kalimat terakhir diatas menjelaskan bahwa Allah tidak menyukai orang-orang yang melampaui batas dalam mengkonsumsi sesuatu baik yang haram maupun yang halal. Karena sesuatu yang berlebihan akan menyebabkan kerugian pada diri kita sendiri. Dalam hal ini, jika akumulasi logam timbal dalam tubuh berlebihan maka akan menyebabkan beberapa dampak negatif.

Timbal (Pb) bisa menghambat aktivitas enzim yang terlibat dalam pembentukan hemoglobin (Hb) dalam tubuh. Sebagian kecil timbal (Pb) diekskresikan lewat urin atau feses karena sebagian terikat oleh protein, sedangkan sebagian lagi akan terakumulasi di dalam jaringan keras dan lunak seperti ginjal, hati, jaringan lemak, kuku, dan rambut. Absorpsi timbal didalam tubuh sangat

lambat, sehingga terjadi akumulasi dan menjadi dasar keracunan yang progresif. Keracunan timbal ini menyebabkan kadar timbal yang tinggi dalam aorta, hati, ginjal, pankreas, paru-paru, tulang, limpa, testis, jantung dan otak (Fardiaz, 1992).

Keracunan yang ditimbulkan oleh Pb dapat melalui beberapa jalur, yaitu melalui makanan dan minuman, udara dan perembesan atau penetrasi pada selaput atau lapisan kulit. Senyawa yang masuk kedalam tubuh manusia melalui makanan dan minuman akan diikuti dalam proses metabolisme tubuh. Namun demikian jumlah Pb yang masuk mungkin masih bisa ditolerir oleh lambung disebabkan asam lambung mempunyai kemampuan untuk menyerap logam Pb (Palar, 2008).

### 2.2.3 Dampak Bagi Kesehatan

Dampak timbal (Pb) bagi kesehatan yaitu dapat merusak berbagai organ tubuh manusia, terutama sistem saraf, sistem pembentukan darah, ginjal, sistem jantung, dan sistem reproduksi. Timbal juga dapat menyebabkan tekanan darah tinggi dan anemia. Akumulasi timbal dalam darah yang relatif tinggi akan menyebabkan sindroma saluran pencernaan, kesadaran, anemia, kerusakan ginjal, hipertensi, *neuromuscular*, *pathophysiology*, serta kerusakan saraf pusat dan perubahan tingkah laku (Amaral, dkk., 2010).

Didalam tubuh, timbal diperlakukan seperti halnya Kalsium. Plasma dan membran jaringan lunak merupakan tempat penyerapan pertama yang kemudian didistribusikan ke bagian-bagian yang mengandung kalsium, seperti tulang dan gigi. Anak-anak, bayi, dan janin memiliki jaringan otot yang lebih sensitif sehingga paparan timbal akan mudah masuk ke dalam tubuh, timbal juga lebih mudah diserap pada tubuh yang sedang mengalami pertumbuhan dan perkembangan. Sekitar 99% timbal yang masuk ke dalam tubuh orang dewasa dapat diekskresikan setelah

beberapa minggu, sedangkan untuk anak-anak hanya 32% yang dapat diekskresikan (Palar, 1994).

Menurut Depkes (2001), kadar maksimum timbal (Pb) dalam darah untuk anak-anak adalah 10  $\mu\text{g}/\text{dl}$ , sedangkan untuk orang dewasa sekitar 10-25  $\mu\text{g}/\text{dl}$ . Kadar timbal yang berlebihan dalam tubuh akan menyebabkan dampak negatif. Timbal yang dikonsumsi dalam jumlah banyak akan menyebabkan kerusakan jaringan mukosal secara langsung. Sistem yang paling sensitif adalah sistem sintesis jaringan darah (haemopoetik). Timbal akan masuk ke dalam sel-sel yang sedang aktif berkembang sehingga menyebabkan kerusakan syaraf, kerusakan otak pada bayi dan anak-anak, pertumbuhan anak menjadi terhambat, gangguan pada ginjal, gangguan pendengaran, dan gangguan pada kecerdasan maupun tingkah laku. Pada orang dewasa, timbal dapat menyebabkan peningkatan tekanan darah dan gangguan pencernaan, kerusakan ginjal dan syaraf, sulit tidur, sakit sendi dan otak, perubahan *mood* dan gangguan reproduksi (Palar, 1994).

### 2.3 Metode Destruksi Basah Tertutup dan Variasi Larutan Pendestruksi

Salah satu cara untuk mengukur kadar logam berat di dalam sampel adalah menggunakan metode destruksi basah dengan larutan asam untuk memisahkan logam berat dari senyawa organik (sampel), kemudian larutan hasil destruksi tersebut diukur konsentrasinya menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Pada umumnya, asam yang digunakan dalam preparasi contoh uji sebagai reagen pendestruksi antara lain,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{HNO}_3\text{-HF}$ ,  $\text{HNO}_3\text{-HCl}$ . Tujuan dari proses destruksi adalah untuk mendapatkan larutan yang tercampur sempurna dengan analit, dekomposisi yang

sempurna dari padatan, dan menghindari hilangnya atau terjadinya kontaminasi analit. Metode destruksi basah dapat dilakukan secara terbuka maupun tertutup (Rodiana, dkk., 2013).

### 2.3.1 Destruksi Basah Tertutup (*Microwave Digestion*)

Metode destruksi basah tertutup atau destruksi asam tertutup adalah reaksi pelarutan dan pemecahan yang dilakukan dalam wadah tertutup yang lebih aman terhadap penguapan dan pemaian bahan. Untuk memperbaiki kelemahan dari metode destruksi asam terbuka seperti unsur-unsur yang mudah menguap dari sampel yang hilang selama proses destruksi, kemungkinan terjadinya kontaminasi dari udara, dan waktu destruksi yang lama mencapai lebih dari 12 jam maka digunakan metode asam tertutup, salah satu caranya adalah penggunaan gelombang mikro dalam proses destruksi. Metode ini disebut dengan metode *microwave digestion*. Dalam metode ini contoh uji ditambahkan asam kuat dalam sistem tertutup yang menyebabkan terjadinya peningkatan suhu dan tekanan. Peningkatan suhu dan tekanan serta kondisi dalam pH rendah pada contoh uji menyebabkan peningkatan kecepatan dekomposisi termal dari contoh uji yang membuat logam menjadi larut. Setelah logam larut, barulah dimungkinkan dilakukan pengukuran dengan instrumen (Matusiewicz, 2003).

Menurut Berghof (2005), metode destruksi dengan menggunakan *microwave* memiliki beberapa keunggulan, antara lain: kualitas destruksinya tinggi, tidak ada unsur-unsur volatil yang hilang dan waktu yang dibutuhkan untuk proses destruksi relatif singkat yaitu sekitar 20-40 menit dibanding metode destruksi konvensional yang membutuhkan waktu lebih dari 24 jam. Beberapa penelitian menunjukkan bahwa nilai persen perolehan kembali (*%recovery*) analisis logam berat

menggunakan metode *microwave digestion* memiliki nilai akurasi yang lebih baik dibandingkan dengan destruksi asam terbuka.

Prinsip kerja dari *microwave* yaitu dengan melewati radiasi gelombang mikro pada molekul air, lemak, maupun gula yang terdapat pada sampel. Molekul-molekul ini akan menyerap energi elektromagnetik. Penyerapan energi tersebut dinamakan pemanasan dielektrik. Molekul-molekul pada sampel bersifat elektrik dipole yang artinya molekul memiliki muatan negatif pada satu sisi dan muatan positif pada sisi lainnya. Akibatnya molekul-molekul tersebut akan berputar pada saat mensejajarkan diri dengan adanya medan listrik yang berubah-ubah yang diinduksi melalui gelombang mikro. Gerakan molekul ini menyebabkan gesekan dan menciptakan panas (Kingston, dan Haswell, 1997).

Mekanisme pemanasan gelombang mikro pada *microwave* disebabkan adanya agitasi molekul-molekul polar atau ion-ion yang bergerak karena adanya gerakan medan magnetik atau elektrik. Adanya gerakan medan magnet dan elektrik menyebabkan partikel-partikel mencoba mensejajarkan dengan medan tersebut. Pergerakan partikel-partikel tersebut dibatasi oleh gaya pembatas (interaksi partikel dan ketahanan dielektrik). Hal ini menyebabkan gerakan partikel tertahan dan mengakibatkan gerakan acak sehingga menghasilkan panas (Taylor, 2005).

### **2.3.2 Analisis Timbal (Pb) dengan Variasi Larutan Pendestruksi pada Jenis Ikan dan Kerang**

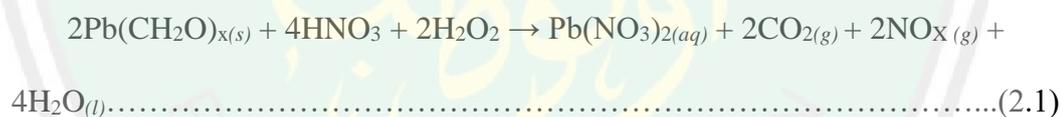
Beberapa larutan yang biasa digunakan dalam destruksi basah dan dapat melarutkan logam antara lain aqua regia yang terdiri dari campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HCl}$  dengan kemampuan oksidasi yang tinggi, asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) yang sering

digunakan untuk melarutkan unsur logam umum, asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) yang biasa digunakan untuk melarutkan logam dan senyawa organik, dan asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) yang merupakan agen pengoksidasi dan pelarut yang baik pada logam dan baja (Patnaik, 2004).

Menurut Hidayat (2016), proses untuk mendegradasi sampel organik dan melarutkan logam-logam yang terdapat dalam sampel akan lebih baik jika menggunakan kombinasi asam sebagai zat pengoksidasi daripada menggunakan asam tunggal karena akan memberikan kekuatan asam yang lebih baik sehingga mempermudah proses analisis logam dalam sampel.

Demirel (2008) mengatakan bahwa, campuran asam  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  dapat menghasilkan %recovery yang paling baik jika dibandingkan dengan campuran asam lainnya. Hal ini dibuktikan dengan salah satu penelitian yang dilakukan oleh Enanmorado-Baez, dkk (2013) pada analisis logam timbal dalam bahan organik (tanah) dengan variasi zat pendestruksi 10 mL  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HNO}_3\text{-HCl}$  (10:3), dan  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  (10:3) yang menghasilkan kadar timbal 0,024 mg/kg; 0,017 mg/kg, dan 0,090 mg/kg. Sehingga variasi larutan pendestruksi terbaik dengan hasil kadar timbal tertinggi adalah pada variasi  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  (10:3) dengan kadar timbal 0,090 mg/kg. Selain itu, penelitian yang dilakukan oleh Spada, dkk (2013) mengenai analisis logam timbal menggunakan zat pendestruksi dalam  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  (9:1) pada sampel kerang (*Mytilus galloprovincialis*) menghasilkan kadar timbal sebesar 0.37-3.25 mg/kg dan Emawati, dkk (2015) yang melakukan analisis timbal dalam kerang hijau dan kerang bulu menghasilkan kadar timbal  $13,98 \pm 1,92$  mg/kg dan  $33,64 \pm 4,66$  mg/kg. Hasil dari kedua penelitian tersebut melebihi ambang batas yang ditentukan yaitu 1,5 mg/kg.

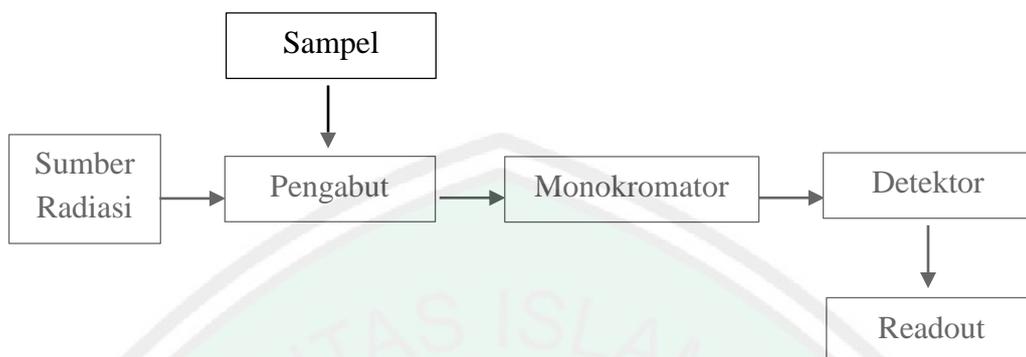
Logam-logam yang terdapat dalam sampel akan membentuk kompleks dengan bahan organik. Sehingga adanya penambahan asam sebagai zat pengoksidasi dalam proses destruksi ini akan menyebabkan logam-logam tersebut terdekomposisi dari bahan organik. Menurut (Wulandari dan Sukesu, 2013), penambahan  $\text{HNO}_3$  pada sampel berfungsi untuk memutus ikatan senyawa kompleks organologam. Penambahan asam nitrat yang bersifat sebagai oksidator kuat dan disertai dengan adanya pemanasan pada proses destruksi akan mempercepat pemutusan ikatan organologam menjadi anorganik. Sedangkan penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  berfungsi sebagai agen pengoksidasi yang menyempurnakan reaksi (Tanase, dkk, 2004) dan menghilangkan sisa padatan organik sehingga larutan sampel menjadi jernih (Araujo, dkk., 2002). Menurut Rifqi, dkk (2015), reaksi yang terjadi pada senyawa organik dengan adanya penambahan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) adalah sebagai berikut:



#### 2.4 Analisis Timbal (Pb) secara Spektroskopi Serapan Atom

Sampel yang telah didestruksi dapat diukur kadarnya menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Spektrofotometer serapan atom (SSA) adalah suatu metode spektrofotometer yang memanfaatkan fenomena serapan atom sebagai dasar pengukuran. Penyerapannya energi sinar terjadi oleh atom netral dalam keadaan gas, sinar yang diserap itu biasanya sinar tampak atau ultra lembayung (Sastrohamidjojo, 2001).

Bagian-bagian instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menurut Sumar, dkk (1994) adalah sebagai berikut:



Gambar 2.2 Diagram Spektrofotometer Serapan Atom (Settle, 1997)

a. Sumber cahaya

Sumber cahaya berfungsi untuk memancarkan cahaya yang memiliki resonansi yang tajam dan interaksi yang stabil untuk mengeksitasi atom-atom dari unsur yang akan dianalisis. Sumber cahaya yang digunakan berupa lampu katoda berongga. Lampu katoda yang digunakan terdiri dari tabung kaca tertutup yang mengandung katoda dan anoda didalamnya.

Katoda tersebut berbentuk silinder berongga yang permukaannya dilapisi dengan unsur yang sama dengan unsur yang dianalisis. Tabung lampu tersebut diisi dengan gas mulia neon argon. Bila antara katoda dan anoda tersebut dipasang selisih tegangan yang tinggi sampai 600 volt, maka mula-mula katoda akan memancarkan berkas elektron yang menuju ke anoda dengan ketepatan dan energi yang tinggi. Elektron-elektron yang bergerak dengan energi kinetik yang tinggi itu dalam perjalanannya menuju anoda akan bertabrakan dengan atom-atom gas mulia. Tabrakan tersebut akan menyebabkan atom-atom gas mulia kehilangan elektron dan berubah menjadi ion-ion positif. Ion-ion positif gas mulia ini akan menuju ke katoda dengan kecepatan dan energi yang tinggi. Akibatnya atom-atom dengan

unsur bahan katoda yang sama dengan unsur yang dianalisis akan terlempar keluar dan mengalami eksitasi dari keadaan dasar ke keadaan yang lebih tinggi dan memecah spektrum pancaran dari unsur bahan katoda tersebut.

#### b. Pengabut dan Pembakar

Pengabut berfungsi mengubah larutan menjadi kabut, sedangkan pembakar berfungsi untuk mengubah ion logam menjadi atom. Di dalam SSA, atom akan menyerap cahaya sehingga untuk menentukan kadarnya, unsur-unsur dalam senyawa harus direduksi ke bentuk atomnya.

Proses yang terjadi dalam sistem ini terdiri dari 2 tingkat: Pengabutan larutan agar dapat masuk kedalam nyala, dan pengatoman unsur di dalam nyala dengan menggunakan pembakar. Campuran gas dan bahan dinyalakan dalam proses pembakaran untuk mengubah unsur yang akan dianalisis menjadi atom. Campuran gas yang biasa dipakai untuk menghasilkan nyala ialah udara dan asetilena (2300 °C) yang merupakan nyala standar dan dapat mengatomkan sekitar  $\pm 30$  unsur (Noor, 1989).

#### c. Monokromator

Untuk menghilangkan gangguan yang berasal dari spektrum yang kontinyu yang dipancarkan oleh molekul-molekul gas bahan bakar yang tereksitasi di dalam nyala, digunakan monokromator. Monokromator ini terdiri dari difraksi dan prisma. Fungsi monokromator yaitu untuk menyaring cahaya (mengubah cahaya polikromatik menjadi monokromatik), sehingga cahaya yang akan masuk ke larutan sampel adalah cahaya tunggal.

#### d. Detektor

Detektor berfungsi untuk mengubah energi yang diterima menjadi sinyal listrik. Detektor akan menerima dua macam isyarat yang berselang seling dan akan diubah menjadi isyarat listrik bolak balik. Sedang isyarat kontinyu yang berasal dari nyala akan diubah menjadi isyarat arus searah dan oleh detektor akan diteruskan ke amplifier arus bolak balik.

e. Amplifier dan Pembacaan

Amplifier berfungsi untuk menguatkan isyarat arus bolak-balik, melewati mekanisme pengolahan sinyal, dan akan diperoleh hasil yang terbaca pada alat pencatat. Isyarat harus searah yang berasal dari isyarat sinyal kontinyu dari nyala, tidak akan di perkuat oleh amplifier.

Selain itu, terdapat beberapa kelebihan dari penggunaan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) antara lain:

- Kepekaan (Sensitifitas)

Metode SSA mempunyai kepekaan tinggi, karena dapat mengukur kadar logam pada tingkat di bawah 1 bpj, bahkan alat shimadzu AA-640-13 ini pada unsur-unsur tertentu hingga tingkat bpj.

- Selektivitas

Metode ini memiliki tingkat selektivitas yang cukup tinggi sehingga dapat digunakan untuk menentukan kadar dalam beberapa unsur sekaligus dalam suatu larutan sampel tanpa adanya pemisahan.

- Ketelitian dan ketepatan

Tingkat ketelitian SSA relatif cukup baik karena gangguan yang terjadi lebih kecil dibandingkan menggunakan spektrofotometri biasa dan instrumen

lainnya. Selain itu, memiliki ketepatan yang baik karena kesederhanaan isyarat dan ketelitian hasil pengukuran yang menjadi dasar pembuatan kurva kalibrasi.

- Pengerjaan dan pemeliharaan alat SSA tidak memerlukan keterampilan yang tinggi.

Prinsip dasar SSA adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel yang didasarkan pada emisi dan absorpsi uap atom. Cara kerjanya berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi yang dipancarkan oleh lampu katoda yang mengandung unsur tertentu. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya (Darmono, 1995). Sebagai contoh pada logam timbal (Pb) yang akan menyerap radiasi pada panjang gelombang 283,3 nm (Rohman, 2007). Adapun kondisi optimum yang digunakan untuk analisis logam timbal (Pb) dengan Spektrofotometer Serapan Atom adalah sebagai berikut (Khopkar, 2010):

Tabel 2.1 Kondisi SSA untuk analisis logam timbal (Pb)

Unsur	Timbal (Pb)
Panjang gelombang (nm)	217
Tipe nyala	Asetilen-Udara
Sensitivitas	0,11
Range kerja (mg/kg)	5-20
Batas deteksi (mg/kg)	0,015

Bila atom dari suatu unsur dalam keadaan dasar (ground state) dikenai radiasi, maka atom akan menyerap energi dan menyebabkan elektron pada kulit terluar naik ke tingkat energi yang lebih tinggi atau disebut dengan keadaan tereksitasi (excited

state). Perbedaan energi antara keadaan dasar dan keadaan tereksitasi sama dengan besarnya energi yang diserap (Mulja dan Miller, 1991).

Apabila cahaya pada panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam dalam sel (konsentrasi). Hubungan antara penyerapan cahaya dan konsentrasi di nyatakan oleh hukum Lambert–Beer (Noor, 1989):

$$I = I_0 e^{-abc} \dots\dots\dots (2.2)$$

$$A = \text{Log } I_0 / I = a \cdot b \cdot c \dots\dots\dots (2.3)$$

Keterangan :

I = Intensitas cahaya yang sampai pada detector

$I_0$  = Intensitas cahaya dari sumber sinar

A = Absorban

a = Konstanta absorptivitas

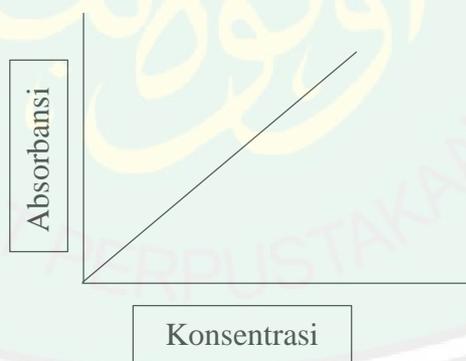
b = Panjang medium absorpsi

c = Konsentrasi

Dalam analisis unsur dengan panjang gelombang tertentu, absorptivitas (a) dan panjang medium absorpsi (b) telah tertentu pula, sehingga nilai a dan b dalam persamaan di atas adalah tetap. Dengan demikian maka A sebanding dengan konsentrasi (c). Penentuan konsentrasi larutan sampel dilakukan dengan cara membandingkan nilai absorban (a) larutan sampel tersebut dengan nilai A dari larutan baku standar yang telah diketahui konsentrasinya. Selanjutnya dari A larutan baku tersebut di buat kurva kalibrasi yaitu grafik hubungan antara absorban terhadap konsentrasi larutan baku yang merupakan sebuah garis lurus. Nilai

absorban dari larutan sampel kemudian dialurkan pada grafik kurva kalibrasi tersebut sehingga konsentrasi larutan sampel dapat di tentukan (Loon Van,1980).

Metode kurva kalibrasi ini diawali dengan pembuatan seri pengenceran larutan standar timbal yang kemudian diukur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) menghasilkan absorbansi yang memiliki hubungan linear dengan konsentrasi analit yang diukur berdasarkan hukum Lambert-Beer. Serangkaian larutan standar yang diukur kemudian diplotkan menjadi sebuah kurva kalibrasi berdasarkan perhitungan matematis tertentu. Kurva kalibrasi yang dihasilkan digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel berdasarkan absorbansi yang dihasilkan oleh sampel melalui persamaan regresi linier (Stone dan Ellis, 2008). Adapun grafik hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi, yang merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope =  $b$ , dapat ditunjukkan pada gambar kurva standar berikut (Syahputra, 2004):



Gambar 2.3 Kurva Standar

## 2.5 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis pada kurva baku dapat ditentukan dengan beberapa parameter berikut, antara lain linearitas, batas deteksi (LOD), dan batas kuantisasi

(LOQ). Sedangkan analisis data statistik kadar logam timbal dalam sampel dapat dianalisis menggunakan *one way annova*.

### 2.5.1 Linearitas Kurva Baku

Linearitas adalah kemampuan metode analisis dalam memberikan respon yang proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Adanya hubungan linier dapat ditunjukkan dengan koefisien korelasi ( $r$ ) pada persamaan regresi linier  $y = ax + b$ . Hubungan ini dikatakan linier apabila nilai  $r = +1$  atau  $-1$  bergantung pada arah garis (Riyanto, 2014).

### 2.5.2 Batas deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ) Kurva Baku

Batas deteksi (LOD) merupakan konsentrasi analit terkecil yang dapat dideteksi dengan kepercayaan statistik. Menurut Harvey (1956), *The International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) mendefinisikan batas deteksi sebagai konsentrasi terkecil yang memiliki sinyal secara signifikan lebih besar daripada sinyal blanko. Secara matematis, persamaan batas deteksi adalah sebagai berikut:

$$(S_A)_{DL} = S_{reag} + z\sigma_{reag} \dots\dots\dots (2.4)$$

Dimana  $S_{reag}$  adalah sinyal blanko,  $\sigma_{reag}$  adalah standar deviasi untuk sinyal blanko, dan  $z$  adalah faktor yang memperhitungkan tingkat kepercayaan yang diinginkan berdasarkan tingkat signifikansi batas deteksi. Nilai  $z$  yang biasa digunakan adalah 3 dengan tingkat signifikansi  $\alpha = 0,00135$  pada tabel distribusi normal (Lampiran 9). Tingkat signifikansi ini menunjukkan probabilitas kesalahan 0,135%. Probabilitas kesalahan ini mengikuti aturan distribusi normal. Sehingga, nilai  $z$  yang digunakan tidak boleh kurang dari 3 karena tingkat kepercayaan yang

dihasilkan akan menjadi lebih rendah dan tidak terdistribusi normal (Winefordner dan Long, 1983).

Tingkat kepercayaan dapat dilihat dari nilai  $t$  pada *Student t-table* berdasarkan hubungan antara tingkat signifikansi ( $\alpha$ ) dengan derajat bebas ( $df$ ) yang diinginkan (Lampiran 10). Menurut Harvey (1956) nilai  $t_{s_{reag}}$  dapat menggantikan nilai  $z\sigma_{reag}$  jika  $\sigma_{reag}$  tidak diketahui. Hadi (2010) menjelaskan bahwa tingkat deteksi metode (MDL) untuk menghasilkan sinyal dengan tingkat kepercayaan 99% dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$MDL = t(0,01;n-1)sd \dots\dots\dots (2.5)$$

Dimana nilai  $t$  diperoleh dari  $\alpha = 0.01$  dengan tingkat kepercayaan 99% dan derajat bebas  $n-1$ , sedangkan  $sd$  adalah standar deviasi. Dari data  $t$  tabel, nilai  $t$  yang diperoleh adalah 3,143. Sehingga, MDL dapat dinyatakan dengan rumus:

$$MDL = 3,143sd \dots\dots\dots (2.6)$$

Penentuan MDL secara teoritis dapat diperkirakan dengan perbandingan hubungan antara IDL:LOD:MDL:LOQ = 1:2:4:10 (Hadi, 2010).

Batas kuantisasi (LOQ) merupakan nilai terkecil dari analit yang terkandung dalam sampel yang dapat dikuantifikasi secara akurasi dan presisi. *The American Chemical Society's Committee on Environmental Analytical Chemistry* menyatakan bahwa persamaan batas kuantisasi adalah sebagai berikut (Harvey, 1956):

$$(S_A)_{LOQ} = S_{reag} + 10\sigma_{reag} \dots\dots\dots (2.7)$$

Dimana  $S_{reag}$  adalah sinyal blanko dan  $\sigma_{reag}$  adalah standar deviasi blanko. Batas kuantisasi juga diartikan sebagai kadar analit yang menghasilkan sinyal lebih besar

dari blanko. Berdasarkan tingkat deteksi metode (MDL), persamaan batas kuantisasi diperoleh sebagai berikut (Hadi,2010):

$$LOQ = 3,18 MDL = 3,18(3,143 sd) = 10sd \dots\dots\dots (2.8)$$

Jika dihubungkan dengan tabel distribusi normal, nilai z pada batas kuantisasi adalah 10. Semakin tinggi nilai z maka tingkat signifikansi akan semakin rendah, yang artinya tingkat kepercayaan dari hasil analit yang diukur akan semakin tinggi dan probabilitas kesalahan semakin kecil.

Menurut Ermer dan Miller (2005), cara penentuan nilai batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) terdiri dari beberapa cara, yaitu:

- a. Definisi visual
- b. Perhitungan dari rasio sinyal terhadap *noise* (Tingkat *noise* untuk LOD adalah 3 dan untuk LOQ adalah 10)
- c. Perhitungan dari standar deviasi blanko
- d. Perhitungan dari kurva kalibrasi pada konsentrasi rendah. Persamaan yang digunakan adalah sebagai berikut:

$$LOD; LOQ = \frac{F.SD}{b} \dots\dots\dots (2.9)$$

Keterangan: F = Faktor untuk LOD dan LOQ masing-masing adalah 3 dan 10

SD = Standar deviasi residual dari garis regresi

b = Slope dari garis regresi

Adapun persamaan yang digunakan untuk menentukan standar deviasi adalah sebagai berikut:

$$\text{Standar Deviasi Residual } (S_{y/x}) = \sqrt{\frac{\Sigma(y-\hat{y})^2}{n-2}} \dots\dots\dots (2.10)$$

Berdasarkan beberapa cara perhitungan tersebut, perhitungan LOD dan LOQ yang digunakan pada penelitian ini adalah menggunakan metode kurva kalibrasi dengan menghitung nilai batas deteksi dari 3 kali lipat standar deviasi dibagi dengan kemiringan kurva standar (slope) persamaan regresi linier, dan batas kuantisasi ditentukan dengan 10 kali lipat dari standar deviasi dibagi dengan slope (Ershadi dan Shayanfar, 2018). Nilai 3 dan 10 merupakan faktor perhitungan yang umumnya digunakan untuk menunjukkan keberadaan analit dalam sampel yang terdistribusi normal dengan tingkat kepercayaan yang tinggi. Sehingga, analit yang diukur akan menghasilkan sinyal dengan nilai yang valid.

### 2.5.3 Analisis One Way Anova

Analisis varian atau Anova adalah metode analisis statistika yang termasuk dalam cabang statistika inferensi. Anova (*Analysis of Variances*) digunakan untuk melakukan analisis komparasi multivariabel. Uji dalam annova menggunakan uji F untuk pengujian lebih dari dua sampel. Karena teknik analisis komparatif dengan menggunakan uji t yakni dengan mencari perbedaan yang signifikan dari dua buah mean hanya efektif bila jumlah variabelnya dua, maka untuk mengatasi hal tersebut ada teknik analisis yang lebih baik yaitu *Analysis of Variances* atau Anova.

Anova satu arah (*one way anova*) digunakan untuk melakukan analisis dengan satu variabel bebas dan satu variabel terikat. Analisis menggunakan uji annova dapat diperoleh kesimpulan:

1. Apabila  $H_0$  ditolak dan  $F$  hitung  $>$   $F$  tabel, maka faktor tersebut berpengaruh terhadap suatu variabel

2. Apabila  $H_0$  diterima dan  $F$  hitung  $<$   $F$  tabel, maka faktor tersebut tidak berpengaruh terhadap suatu variabel

Nilai % *recovery* yang lebih besar dari 100% atau hasil pengukuran lebih besar dari konsentrasi sebenarnya dapat disebabkan oleh beberapa faktor. Salah satunya yaitu ketidakpastian dalam kurva standar, seperti kalibrasi dalam penggunaan alat maupun pembacaan skala. Hal ini juga dapat dipengaruhi oleh temperatur yang menyebabkan adanya ketidakpastian baku.

Adapun faktor-faktor lain yang menyebabkan ketidakteelitian dan ketidaktepatan dalam pengukuran menurut Kartikasari (2015), adalah sebagai berikut:

- Penimbangan yang tidak benar serta pemindahan analit dan baku yang tidak sesuai
- Penggunaan ekstrak analit dari suatu matriks yang tidak efisien
- Penggunaan pipet, labu takar, dan buret yang tidak benar
- Pengukuran menggunakan alat yang tidak terkalibrasi
- Kegagalan dalam melakukan analisis blanko
- Pemilihan kondisi pengukuran yang menyebabkan kerusakan analit
- Kegagalan untuk menghilangkan gangguan oleh bahan tambahan dalam pengukuran analit

## 2.6 Pencemaran Lingkungan dalam Perspektif Islam

Allah menciptakan segala sesuatu yang ada di dunia untuk memenuhi kebutuhan manusia. Selain makanan yang dapat diperoleh dari tumbuh-tumbuhan dan hewan yang hidup di daratan, manusia juga dapat mengonsumsi makanan

yang bersumber dari lautan. Hal ini dibuktikan dengan adanya Firman Allah SWT dalam QS. An-Nahl (16) ayat 14:

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لِتَأْكُلُوا مِنْهُ لَحْمًا طَرِيًّا وَتَسْتَخْرِجُوا مِنْهُ حِلْيَةً تَلْبَسُونَهَا وَتَرَى  
الْفُلْكَ مَوَاجِرَ فِيهِ وَلِيَبْتَلِيَكُمْ مِنْ فَضْلِهِ وَلَعَلَّكُمْ تَشْكُرُونَ

Artinya: “Dan Dialah, Allah yang menundukkan lautan (untukmu) agar kamu dapat memakan dari padanya daging yang segar, dan kamu mengeluarkan dari lautan itu perhiasan yang kamu pakai, dan kamu melihat bahtera berlayar padanya, dan supaya kamu mencari (keuntungan) dari karunia-Nya supaya kamu bersyukur”.

Menurut Tafsir Fi Zhilalil Qur’an (2003), ayat ini menjelaskan tentang nikmat lautan dan kehidupan di laut yang diciptakan oleh Allah untuk manusia. Salah satu nikmat yang Allah berikan yaitu daging segar dan jenis ikan lainnya yang dapat dikonsumsi manusia. Selain ikan, daging segar yang dimaksud dapat berupa jenis-jenis hewan yang ada di laut maupun di perairan, seperti kerang. Berdasarkan ayat tersebut Allah menyuruh kita sebagai manusia untuk mensyukuri nikmat dan karunia yang telah diberikan kepada kita.

Oleh karena itu, salah satu cara untuk bersyukur adalah dengan menjaga dan melestarikan ciptaan Allah dan tidak membuat kerusakan di bumi. Hal ini sesuai perintah Allah dalam QS. Al-A’raaf (7) ayat 56 yang berbunyi:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ حَوْفًا وَطَمَعًا ۚ إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِنَ  
الْمُحْسِنِينَ

Artinya: “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (Tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”.

Berdasarkan ayat tersebut, Allah memerintahkan kita untuk menjaga lingkungan dan tidak membuat kerusakan di bumi. Allah menciptakan bumi yang berisi

gunung, sungai, lautan, dan daratan ini untuk diolah dan dimanfaatkan sesuai kebutuhan manusia. Sehingga alangkah baiknya jika kita tidak melakukan perilaku yang dapat menyebabkan kerusakan di bumi, seperti membuang sampah dan limbah sembarangan yang dapat mengotori lingkungan dan mencemari makhluk hidup yang tinggal di daratan maupun lautan. Melihat perkembangan zaman dan teknologi yang semakin canggih dengan adanya industri-industri dan kebutuhan masyarakat yang meningkat seharusnya membuat kita semakin menjaga lingkungan sekitar agar tidak tercemar bahan-bahan berbahaya yang dapat membahayakan diri sendiri dan makhluk hidup lainnya. Hal ini berkaitan dengan tugas manusia di bumi, sebagaimana dalam Q.S Al-Baqarah (2) ayat 30:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً ۗ قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ

Artinya: “Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para malaikat: ‘Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi’. Mereka berkata: ‘Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?’. Tuhan berfirman: ‘Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui’”.

Menurut Tafsir Wajiz (2008), Allah menciptakan manusia sebagai khalifah di bumi yang berperan dalam menjaga dan memelihara alam semesta, makhluk hidup, serta kehidupan manusia termasuk sikap dan perilakunya agar sesuai dengan ketentuan Allah. Manusia sebagai khalifah di bumi memiliki tugas untuk menjaga dan memelihara diri sendiri dan orang lain dari segala bahaya, menghiiasi diri dengan akhlak yang mulia, saling tolong menolong dalam menegakkan kebenaran, serta memakmurkan bumi dan segala isinya. Arti memakmurkan bumi berarti mensejahterakan kehidupan di dunia dengan menjaga keseimbangan alam dan bumi sesuai dengan tuntutan yang diberikan oleh Allah (Arif, 2015).

Sada (2016) juga menjelaskan bahwa tugas manusia sebagai khalifah yaitu beribadah dan mampu menjaga dan memakmurkan bumi. Kerusakan yang terjadi di bumi, baik di daratan maupun di lautan terjadi karena perbuatan manusia yang melanggar ketetapan Allah. Dalam hal ini, kerusakan yang terjadi yaitu dengan adanya pencemaran lingkungan oleh aktivitas manusia yang tidak bertanggung jawab sehingga menyebabkan biota laut seperti kerang terkontaminasi zat-zat berbahaya berupa logam timbal yang masuk ke dalam tubuhnya. Biota laut merupakan salah satu sumber makanan untuk kelangsungan hidup manusia, sehingga apabila tercemar maka akan berdampak negatif pada kesehatan manusia yang mengkonsumsinya. Oleh karena itu, manusia sebagai khalifah di bumi hendaknya berpikir dan berperilaku positif untuk menjaga kelangsungan hidup manusia itu sendiri maupun kehidupan makhluk hidup lainnya.

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini telah dilaksanakan pada bulan Mei-Agustus 2019 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah blender, neraca analitik, labu ukur, pipet tetes, pipet volume dan alat-alat gelas laboratorium lainnya, perangkat *microwave digestion*, serta perangkat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Kerang Darah (*Anadara granosa*) berbagai macam ukuran, larutan HNO<sub>3</sub> pekat 65%, larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%, larutan standar timbal (Pb), dan akuademin.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian ini adalah *experimental laboratory*, dengan menggunakan sampel kerang darah dengan berbagai macam ukuran, yaitu ukuran kecil (1,0 cm-2,0 cm), ukuran sedang (2,1 cm -3,0 cm), dan ukuran besar (lebih dari 3,0 cm) yang

diambil di Pantai Lekok Kabupaten Pasuruan. Logam timbal (Pb) dalam kerang darah didestruksi menggunakan metode destruksi basah tertutup yaitu *microwave digestion* dengan variasi komposisi zat pendestruksi  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (1:1),  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (2:1), dan  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (3:1), variasi suhu 160, 180, dan 200° C, dan variasi waktu destruksi selama 15, 30, dan 40 menit. Kadar logam timbal (Pb) dalam kerang darah dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Rancangan percobaan yang digunakan adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL), yang terdiri dari satu faktor yaitu variasi larutan pendestruksi, variasi suhu, dan variasi waktu yang dilakukan secara terpisah.

Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut: pembuatan larutan stok timbal (Pb) dilakukan dengan cara dilarutkan dalam asam nitrat pekat. Selanjutnya dibuat kurva standar 0,2; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2 dan 1,4 mg/L. Langkah berikutnya preparasi sampel dengan cara kerang dipisahkan dari cangkangnya, dibersihkan, dihaluskan, dan ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam *vessel*. Setelah itu, penentuan larutan pendestruksi terbaik dengan metode destruksi basah tertutup menggunakan *microwave digestion* dengan memasukkan variasi komposisi larutan campuran  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (1:1),  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (2:1), dan  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  (3:1) ke dalam 2,0 gram sampel kerang dalam *vessel* dan didestruksi menggunakan *microwave digestion system* pada suhu 180° C selama 30 menit. Dilanjutkan dengan penentuan suhu dan waktu destruksi terbaik yaitu 160, 180, dan 200° C serta 15, 30, dan 40 menit dengan penambahan larutan pendestruksi terbaik yang diperoleh pada analisis sebelumnya. Langkah terakhir, ditentukan konsentrasi timbal (Pb) menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada masing-masing ukuran sampel kerang darah.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi:

1. Pengambilan dan preparasi sampel
2. Pengaturan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
3. Pembuatan kurva standar Timbal (Pb)
4. Penentuan jenis larutan pendestruksi terbaik pada Timbal (Pd) dalam sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)
5. Penentuan suhu destruksi terbaik pada Timbal (Pd) dalam sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)
6. Penentuan waktu destruksi terbaik pada Timbal (Pd) dalam sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)
7. Penentuan kadar timbal (Pb) pada masing-masing ukuran sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)
8. Validasi Metode Analisis

### 3.5 Metode Penelitian

#### 3.5.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel

Kerang Darah (*Anadara granosa*) diambil dengan berbagai macam ukuran yaitu kecil kecil (1,0 cm – 2,0 cm), sedang (2,1 cm – 3,0 cm), dan besar (lebih dari 3,0 cm) dari nelayan yang berada di Pantai Lekok Kabupaten Pasuruan. Masing-masing kerang darah dipisahkan dari cangkangnya, diambil jaringan lunaknya (daging kerang), lalu dicuci dan dibersihkan dengan air. Kemudian dihaluskan dengan menggunakan *blender* (Nurjannah, 2017).

### 3.5.2 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Pengaturan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yaitu meliputi panjang gelombang timbal (Pb) pada 283,3 nm, laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju alir udara pada 10,0 L/menit, lebar celah pada 0,5 nm, dan kuat arus 10 mA (Varian, 2010).

### 3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Larutan baku standar timbal (Pb) 10 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku Pb 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL dan ditandabatkan dengan asam nitrat sehingga diperoleh larutan baku standar dengan konsentrasi 10 mg/L. Dari larutan baku timbal 10 mg/L, kemudian masing-masing dipipet 1,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; dan 7,0 mL lalu dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, diencerkan dengan akudemin hingga 50 mL sehingga didapatkan larutan dengan konsentrasi 0,2; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; dan 1,4 mg/L. Selanjutnya serapan dari masing-masing konsentrasi diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

### 3.5.4 Penentuan Jenis Larutan Pendestruksi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam

#### Sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)

Sampel kerang darah yang terdiri dari tiga jenis ukuran, ditimbang masing-masing sebanyak 10 gram, dicampurkan, dan diambil sebanyak 2,0 gram, kemudian ditambahkan 10 mL larutan pengoksidasi sesuai pada Tabel 3.1, dimasukkan ke dalam *vessel* dan didestruksi dalam *microwave digestion system* pada suhu 180° C selama 30 menit. Selanjutnya larutan hasil destruksi didinginkan pada suhu ruang dan larutan disaring dalam tabung *sentrifuge* menggunakan membran filter. Filtrat yang dihasilkan diukur kadar Pb terlarut pada panjang gelombang 283,3 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Perlakuan dilakukan

sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga dilakukan analisis sampel sebanyak 9 kali. Adapun zat pengoksidasi yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.1 Variasi larutan pendestruksi

Larutan Pendestruksi	Kadar Logam Timbal (Pb) (mg/kg)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)			
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)			
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)			

Pada Tabel 3.1, kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji statistik menggunakan uji varian *one way annova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi larutan pendestruksi, dilanjutkan dengan beberapa metode uji untuk mengetahui kadar terbaik yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.5 Penentuan Suhu Destruksi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel

#### Kerang Darah (*Anadara granosa*)

Sampel kerang darah ukuran kecil, sedang, dan besar masing-masing ditimbang 10 gram, dicampur, dan diambil 2,0 gram, dimasukkan ke dalam *vessel* kemudian ditambahkan dengan 10 mL larutan pendestruksi terbaik, dan dimasukkan ke dalam *microwave digestion system* lalu didestruksi pada variasi suhu 160, 180, dan 200° C pada waktu tetap (30 menit). Kemudian larutan hasil destruksi yang diperoleh didinginkan pada suhu ruang dan larutan disaring dalam tabung *centrifuge* menggunakan membran filter. Filtrat yang dihasilkan diukur kadar Pb terlarut pada panjang gelombang 283,3 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Perlakuan dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga dilakukan analisis sampel sebanyak 9 kali. Adapun variasi suhu destruksi yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.2 Variasi suhu destruksi

Suhu Destruksi	Kadar Logam Timbal (Pb) (mg/kg)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
160° C			
180° C			
200° C			

Pada tabel 3.2, kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji statistik menggunakan uji varian *one way annova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi suhu destruksi, dilanjutkan dengan beberapa metode uji untuk mengetahui kadar terbaik yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.6 Penentuan Waktu Destruksi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel

#### Kerang Darah (*Anadara granosa*)

Sampel kerang darah ukuran kecil, sedang, dan besar masing-masing ditimbang 10 gram, dicampur, dan diambil 2,0 gram, dimasukkan ke dalam *vessel* kemudian ditambahkan dengan 10 mL larutan pendestruksi terbaik, dan dimasukkan ke dalam *Microwave Digestion System* lalu didestruksi pada suhu destruksi terbaik pada variasi waktu destruksi 15, 30, dan 40 menit. Kemudian larutan hasil destruksi yang diperoleh didinginkan pada suhu ruang dan larutan disaring dalam tabung *sentrifuge* menggunakan membran filter. Filtrat yang dihasilkan diukur kadar Pb terlarut pada panjang gelombang 283,3 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Perlakuan dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga dilakukan analisis sampel sebanyak 9 kali. Adapun variasi waktu destruksi yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.3 Variasi waktu destruksi

Waktu Destruksi	Kadar Logam Timbal (Pb) (mg/kg)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
15 menit			
30 menit			
40 menit			

Pada tabel 3.3, kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji statistik menggunakan uji varian *one way annova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi waktu destruksi, dilanjutkan dengan beberapa metode uji untuk mengetahui kadar terbaik yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.7 Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada masing-masing Ukuran Sampel

#### Kerang Darah (*Anadara granosa*)

Sampel kerang darah dengan variasi ukuran kecil (1,0-2,0 cm), ukuran sedang (2,1-3,0 cm), dan ukuran besar (lebih dari 3 cm) masing-masing ditimbang 2,0 gram, dimasukkan ke dalam *vessel* kemudian ditambahkan dengan 10 mL larutan pendestruksi terbaik, dan dimasukkan ke dalam *microwave digestion system* lalu didestruksi pada suhu dan waktu destruksi terbaik. Kemudian masing-masing larutan hasil destruksi yang diperoleh didinginkan pada suhu dan larutan disaring dalam tabung *sentrifuge* menggunakan membran filter. Filtrat yang dihasilkan diukur kadar Pb terlarut pada panjang gelombang 283,3 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Perlakuan dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga dilakukan analisis sampel sebanyak 9 kali. Adapun variasi ukuran kerang yang digunakan adalah sebagai berikut:

Tabel 3.4 Variasi ukuran kerang

Ukuran Kerang Darah	Kadar Logam Timbal (Pb) (mg/kg)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3

Ukuran kecil (1,0-2,0 cm)			
Ukuran sedang (2,1-3,0 cm)			
Ukuran besar (lebih dari 3 cm)			

Pada tabel 3.4, kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji statistik menggunakan uji varian *one way annova* untuk mengetahui pengaruh penggunaan variasi ukuran sampel, dilanjutkan dengan beberapa metode uji untuk mengetahui kadar terbaik yang diperoleh dalam sampel.

### 3.5.8 Validasi Metode Analisis

#### a. Uji varian *one way anova*

Uji ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variabel bebas (jenis pengoksidasi, variasi suhu, waktu, dan ukuran kerang) terhadap konsentrasi Pb terukur dengan kesimpulan sebagai berikut:

#### 1. Penentuan pengaruh larutan pengoksidasi

- Jika  $H_0$  ditolak, maka ada pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap kadar Timbal (Pb).
- Jika  $H_0$  diterima, maka tidak ada pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap kadar Timbal (Pb).

#### 2. Penentuan pengaruh suhu destruksi

- Jika  $H_0$  ditolak, maka ada pengaruh variasi suhu destruksi terhadap kadar Timbal (Pb).

- Jika  $H_0$  diterima, maka tidak ada pengaruh variasi suhu destruksi terhadap kadar Timbal (Pb).

### 3. Penentuan pengaruh waktu destruksi

- Jika  $H_0$  ditolak, maka ada pengaruh variasi waktu destruksi terhadap kadar Timbal (Pb).
- Jika  $H_0$  diterima, maka tidak ada pengaruh variasi waktu destruksi terhadap kadar Timbal (Pb).

### 4. Penentuan pengaruh ukuran sampel

- Jika  $H_0$  ditolak, maka ada pengaruh ukuran sampel terhadap kadar Timbal (Pb).
- Jika  $H_0$  diterima, maka tidak ada pengaruh ukuran sampel terhadap kadar Timbal (Pb).

### b. Uji Linearitas Kurva Baku

Uji linearitas bertujuan untuk membuktikan hubungan linearitas antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) dari data kurva standar. Hubungan tersebut dapat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (r) dan persamaan regresi linier. Konsentrasi sampel dapat diketahui dengan memasukkan ke dalam persamaan berikut:

$$y = ax + b \dots\dots\dots (3.1)$$

Dimana:  $y$  = absorbansi sampel

$b$  = intersep

$x$  = konsentrasi sampel (dari instrumen)

$a$  = slope

Berdasarkan perhitungan regresi linier, maka dapat diketahui kadar logam sebenarnya dengan rumus berikut (Emawati, dkk., 2015):

$$\text{Kadar Timbal (mg/kg)} = \frac{C \times V}{W} \dots\dots\dots (3.2)$$

Dimana: C = konsentrasi sampel (mg/L)

V = volume sampel (L)

W = berat sampel (kg)

c. Uji Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ) Kurva Baku

Batas deteksi merupakan parameter uji batas dengan jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat terdeteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Sedangkan batas kuantisasi merupakan parameter uji untuk mengetahui konsentrasi atau jumlah terendah analit yang masih dapat ditentukan secara kuantitatif agar pengukuran lebih akurat. Nilai LOD dan LOQ ini diperoleh dari pembuatan kurva standar timbal (Pb). Persamaan yang digunakan sebagai berikut (Emawati, dkk., 2015):

$$\text{Standar Deviasi (S}_{y/x}) = \sqrt{\frac{\sum(y-\hat{y})^2}{n-2}} \dots\dots\dots (3.3)$$

$$\text{Uji Batas Deteksi} = \frac{3 \times SD}{Slope} \dots\dots\dots (3.4)$$

$$\text{Uji Batas Kuantisasi} = \frac{10 \times SD}{Slope} \dots\dots\dots (3.5)$$

Keterangan:

SD = Standar Deviasi

### 3.6 Analisa Data dalam Perspektif Islam

Analisa data dalam perspektif Islam dilakukan dengan cara menghubungkan hasil penelitian tentang sains (kimia) dengan nilai-nilai yang terkandung dalam Al-Qur'an. Korelasi ini dilakukan untuk menghilangkan batasan-batasan antara ilmu agama dan ilmiah, sehingga hasil analisa yang diperoleh akan bermanfaat dengan adanya ilmu diantara keduanya.



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui variasi komposisi larutan pendestruksi, suhu destruksi, dan waktu destruksi terbaik pada kerang darah (*Anadara granosa*) menggunakan *microwave digestion* untuk menghasilkan kadar tertinggi logam timbal yang terdapat di dalam kerang darah. Hasil variasi terbaik akan digunakan untuk menentukan kadar logam timbal dalam kerang yang dikelompokkan berdasarkan beberapa ukuran. Kadar timbal dalam kerang dapat diukur menggunakan spektroskopi serapan atom (AAS).

#### 4.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel

Teknik pengambilan sampel kerang dalam penelitian ini dilakukan secara acak dengan berbagai ukuran untuk mewakili populasi kerang darah yang akan diamati di Pantai Lekok, Kabupaten Pasuruan. Proses pengambilan kerang ini dilakukan oleh nelayan menggunakan tangan ketika air laut sedang surut. Variasi sampel kerang yang digunakan yaitu ukuran kecil (1,0-2,0 cm), sedang (2,1-3,0 cm), dan besar (lebih dari 3,0 cm). Sampel kerang dengan masing-masing ukuran ini dibersihkan terlebih dahulu, kemudian direbus menggunakan akuademin selama 3 menit untuk mempermudah dalam memisahkan dagingnya, kemudian dipisahkan daging kerang dari cangkangnya, dan dihaluskan menggunakan *blender*. Sampel masing-masing ukuran yang telah dihaluskan selanjutnya ditimbang. Berat sampel kerang berukuran 1,0-2,0 cm adalah 175,64 gram, berat sampel berukuran 2,1-3,0 cm adalah 89,39 gram, dan berat sampel berukuran lebih dari 3,0 cm yang diperoleh

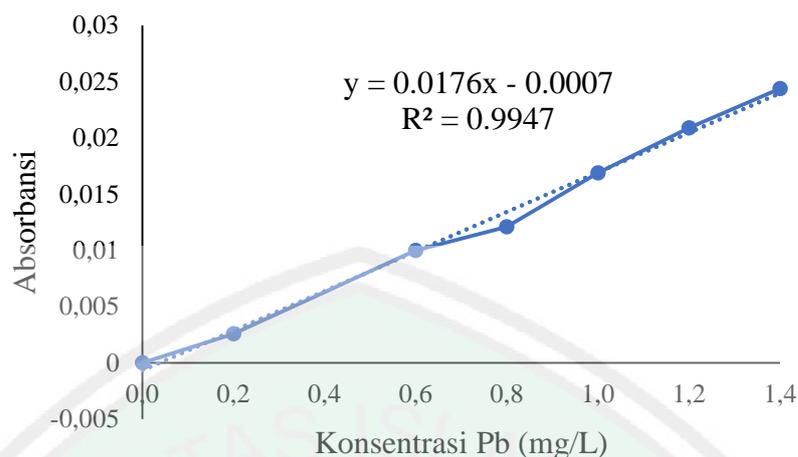
adalah 86,53 gram. Sampel dimasukkan ke dalam plastik klip dan disimpan ke dalam *freezer*.

Sampel untuk pengujian variasi larutan pendestruksi, suhu destruksi, dan waktu destruksi terbaik menggunakan campuran dari berbagai kelompok ukuran kerang untuk mewakili keseluruhan jenis sampel, sedangkan untuk pengujian kadar timbal berdasarkan variasi ukuran kerang menggunakan masing-masing ukuran kerang yang telah dihaluskan tanpa ada pencampuran sampel.

#### 4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Kurva standar merupakan kurva yang dibuat dari sederetan larutan standar dengan *range* tertentu yang berfungsi untuk menganalisis konsentrasi larutan sampel dari hasil pengukuran suatu sampel. Konsentrasi larutan standar Pb yang dibuat yaitu 0,2; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; dan 1,4 mg/L dari larutan stok Pb 10 mg/L dan dianalisa menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 283,3 nm.

Kurva standar dibuat dengan persamaan regresi linier yaitu  $y = ax + b$ , dimana  $y$  adalah absorbansi sedangkan  $a$  dan  $b$  merupakan konstanta yang akan ditentukan oleh nilai slope. Perbandingan antara nilai absorbansi dengan larutan standar akan menghasilkan kurva garis lurus. Data yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi larutan standar ( $x$ ) terhadap absorbansinya ( $y$ ), sehingga dapat ditentukan persamaan garis regresi linier tersebut. Kurva kalibrasi logam timbal dapat ditunjukkan pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb)

Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula nilai absorbansi, sehingga diperoleh persamaan regresi linier  $y = 0,0176x - 0,0007$ , dimana  $y$  adalah absorbansi,  $a$  adalah *slope*,  $x$  adalah konsentrasi, dan  $b$  adalah *intersep*. Dari persamaan tersebut, nilai koefisien korelasi ( $r$ ) adalah 0,9947 dimana nilai tersebut mendekati +1 yang menunjukkan bahwa hubungan tersebut linier. Persamaan regresi linier tersebut selanjutnya dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena adanya hubungan linier antara konsentrasi ( $C$ ) dengan absorbansi ( $A$ ).

Uji linearitas bertujuan untuk membuktikan hubungan yang linier antara konsentrasi dengan absorbansi dari data kurva standar. Hubungan tersebut dapat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) dan persamaan regresi linier. Persamaan regresi linier yang terbentuk dari Gambar 4.1 adalah  $y = 0,0176x - 0,0007$  dengan nilai  $r = 0,9947$ . Sensitivitas yang diperoleh dari pembuatan kurva standar Pb ditunjukkan dengan nilai *slope* (kemiringan) sebesar 0,0176. Nilai tersebut menunjukkan setiap perubahan konsentrasi (sumbu  $x$ ) akan memberikan perubahan terhadap nilai absorbansi (sumbu  $y$ ) sebesar 0,0176. Selain itu, hasil

perhitungan LOD (batas deteksi) diperoleh sekitar 0.124 mg/L. Ini menunjukkan bahwa batas konsentrasi timbal terendah yang dapat terdeteksi oleh instrumen sebesar 0.124 mg/L, sehingga jika konsentrasi yang diperoleh kurang dari batas tersebut berarti bukan termasuk konsentrasi timbal dan kemungkinan mengandung pengotor. Sedangkan untuk hasil LOQ (batas kuantisasi) diperoleh sekitar 0.413 mg/L. Jika konsentrasi timbal yang diperoleh melebihi batas tersebut maka pengukuran dikatakan akurat.

#### 4.3 Penentuan Larutan Pendestruksi Terbaik

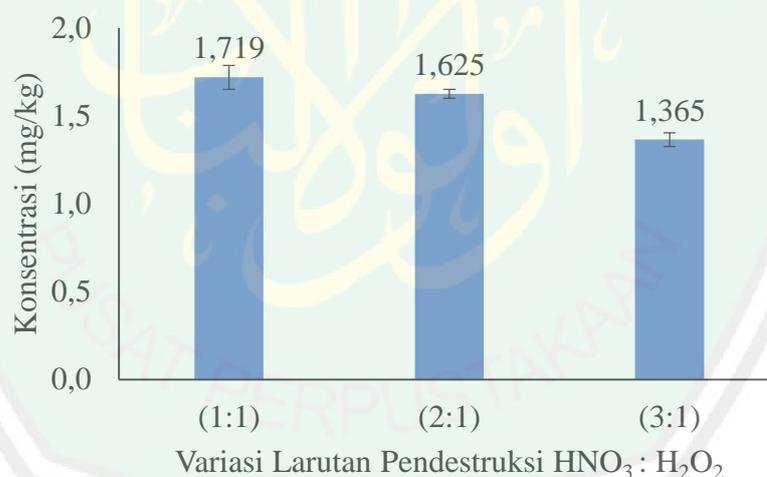
Larutan yang digunakan untuk mendestruksi sampel yaitu asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran. Larutan tersebut akan memisahkan logam Pb dari sampel dan larut ke dalam filtrat. Larutan pendestruksi yang digunakan pada penelitian ini yaitu asam nitrat pekat dan asam peroksida dengan beberapa variasi komposisi, diantaranya komposisi 1:1, 2:1, dan 3:1. Tujuan variasi komposisi larutan ini untuk mengetahui komposisi terbaik dengan perolehan kadar logam tertinggi pada sampel berdasarkan komposisi larutan pendestruksi.

Proses destruksi sampel dilakukan menggunakan *microwave*. Energi panas dari *microwave* akan mempercepat proses destruksi sehingga sampel akan hancur dan larut dalam filtrat. Proses ini dilakukan pada suhu 180° C selama 30 menit yang merupakan suhu dan waktu optimum dalam proses destruksi menurut Low, dkk (2012) dan Lazarus, dkk (2013). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



(4.1)

Logam timbal yang berikatan pada senyawa organik dengan adanya penambahan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  akan mengalami reaksi reduksi-oksidasi.  $\text{HNO}_3$  sebagai oksidator akan mengalami reduksi dengan perubahan bilangan oksidasi +5 menjadi +4. Begitu juga dengan  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang bersifat oksidator akan mengalami reduksi dengan perubahan bilangan oksidasi -1 menjadi -2 dan menyebabkan terbentuknya air (Vogel, 1985). Sedangkan logam Pb akan mengalami oksidasi menjadi bentuk garamnya yang bermuatan +2.  $\text{HNO}_3$  yang menghasilkan gas  $\text{CO}_2$  dan  $\text{NO}$  akan meningkatkan tekanan dalam proses destruksi, sehingga logam Pb akan mengalami dekomposisi dari senyawa organik dalam sampel membentuk  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  yang larut dalam air dan larutan yang dihasilkan menjadi jernih. Adapun hasil kadar timbal dalam sampel dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik kadar rata-rata timbal dalam kerang darah variasi larutan pendestruksi

Sedangkan hasil analisis statistik menggunakan *one way annova* ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil uji *one way annova* variasi larutan pendestruksi

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	0.007	2	0.003	30.029	0.001
Within Groups	0.001	6	0.000		
Total	0.007	8			

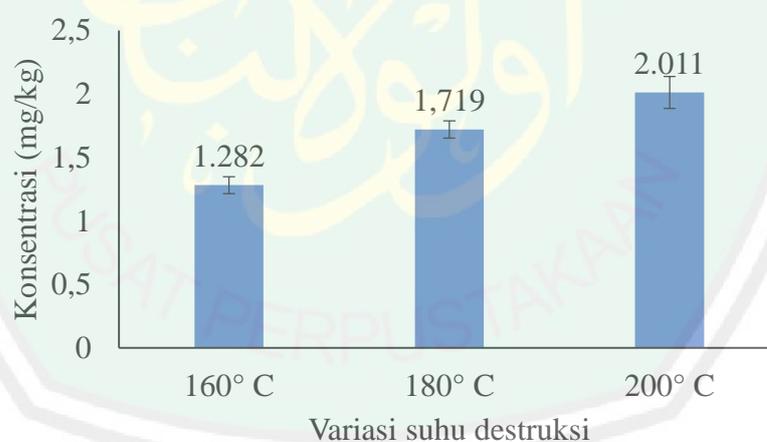
Pengaruh penggunaan variasi larutan pendestruksi terhadap sampel kerang darah dapat dilihat dari hasil uji *one way annova* yang terdapat pada Lampiran 7. Hasil F hitung yang diperoleh sebesar 30,029. Sedangkan hasil F tabel diperoleh dari perhitungan derajat bebas pembilang dan penyebut (df (N1) dan df (N2)) berdasarkan jumlah variabel dan jumlah sampel, kemudian dikorelasikan dalam tabel pada taraf signifikansi 0,05, sehingga diperoleh F tabel sebesar 5,32 yang ditunjukkan pada Lampiran 8. Hasil tersebut menunjukkan F hitung > F tabel, maka  $H_0$  ditolak atau terdapat pengaruh variasi larutan pendestruksi terhadap kadar timbal dalam sampel.

Berdasarkan data tersebut, dapat diketahui bahwa komposisi larutan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) menunjukkan hasil yang paling besar. Jumlah larutan  $\text{HNO}_3$  dengan penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang cukup banyak dibandingkan variasi komposisi lainnya menghasilkan kadar timbal dengan nilai tertinggi.  $\text{HNO}_3$  berfungsi sebagai oksidator kuat yang mengoksidasi ikatan antara logam dengan senyawa organik dalam sampel. Sedangkan  $\text{H}_2\text{O}_2$  juga berperan sebagai oksidator yang membantu dan menyempurnakan reaksi dalam proses destruksi (Tanase, dkk., 2004). Penggunaan  $\text{H}_2\text{O}_2$  ini dapat meningkatkan kemampuan oksidasi dan meningkatkan kinerja disolusi (pelepasan senyawa dan pelarutan) dari asam nitrat (Anderson, 1991). Selain itu,  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang ditambahkan akan mengikat elektron menghasilkan  $\text{H}_2\text{O}$  (Perdana, dkk., 2014) yang berfungsi untuk melarutkan logam nitrat. Semakin

banyak jumlah  $H_2O_2$  maka hasil kadar timbal yang diperoleh semakin tinggi. Jika dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Enanmorado, dkk., (2012), hasil kadar logam timbal pada kerang menggunakan larutan tunggal  $HNO_3$  adalah sebesar  $1,214 \pm 0,022$  mg/kg. Hal ini menunjukkan bahwa penggunaan campuran larutan pendestruksi  $HNO_3$  dan  $H_2O_2$  memiliki kemungkinan menghasilkan kadar logam yang lebih tinggi.

#### 4.4 Penentuan Suhu Destruksi Terbaik

Penggunaan variasi suhu destruksi dalam kerang darah bertujuan untuk mengetahui suhu terbaik dalam proses destruksi dengan hasil kadar timbal tertinggi. Proses destruksi ini menggunakan perbandingan larutan pendestruksi terbaik  $HNO_3$  dan  $H_2O_2$  (1:1) dan menghasilkan kadar timbal yang dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Grafik kadar rata-rata timbal dalam kerang darah variasi suhu destruksi

Sedangkan hasil analisis *one way annova* yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil uji *one way annova* variasi suhu destruksi

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	0.018	2	0.009	8.649	0.017
Within Groups	0.006	6	0.001		
Total	0.024	8			

Pengaruh penggunaan variasi suhu destruksi terhadap sampel kerang darah dapat dilihat dari hasil analisis statistik menggunakan *one way annova* yang terdapat pada Lampiran 7. Hasil F hitung yang diperoleh sebesar 8,649 dan hasil F tabel sebesar 5,32. Hasil tersebut menunjukkan  $F_{hitung} > F_{tabel}$ , maka  $H_0$  ditolak atau ada pengaruh variasi suhu destruksi terhadap kadar timbal dalam sampel.

Berdasarkan data tersebut, hasil kadar timbal tertinggi terdapat pada suhu 200° C, kemudian suhu 180° C, dan yang terendah terdapat pada suhu 160° C. Menurut Mello, dkk (2014), pemanasan pada *microwave* terjadi karena adanya interaksi radiasi gelombang mikro dengan material dalam sampel. Interaksi tersebut semakin cepat seiring meningkatnya suhu. Peningkatan suhu pada proses destruksi akan meningkatkan tekanan, sehingga proses dekomposisi termal yang terjadi antar molekul dalam sampel semakin cepat dan logam semakin mudah larut (Rodiana, dkk., 2013). Dengan kata lain, semakin tinggi suhu maka energi yang dibutuhkan untuk proses dekomposisi ikatan logam dengan senyawa organik semakin banyak, sehingga ikatan antara timbal dengan senyawa organik semakin mudah putus dan hasil kadar logam timbal yang diperoleh juga semakin tinggi.

#### 4.5 Penentuan Waktu Destruksi Terbaik

Penentuan variasi waktu destruksi dalam kerang darah bertujuan untuk mengetahui waktu terbaik dalam proses destruksi yang menghasilkan kadar logam tertinggi dalam sampel. Proses destruksi ini menggunakan perbandingan larutan pendestruksi terbaik  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) dan suhu destruksi terbaik yaitu  $200^\circ\text{C}$  menghasilkan kadar timbal yang ditampilkan pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik kadar rata-rata timbal dalam kerang darah variasi waktu destruksi

Adapun hasil analisis statistik menggunakan *one way annova* dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil uji *one way annova* variasi waktu destruksi

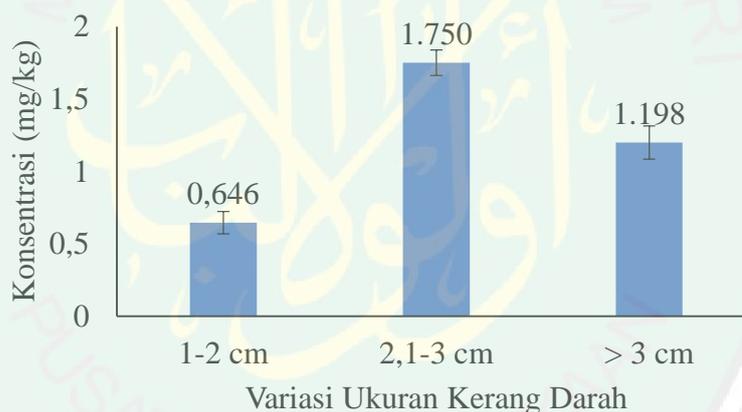
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	0.016	2	0.008	4.719	0.059
Within Groups	0.010	6	0.002		
Total	0.026	8			

Pengaruh penggunaan variasi waktu destruksi terhadap sampel kerang darah dapat dilihat dari hasil analisis statistik menggunakan *one way annova* yang terdapat pada Lampiran 7. Hasil F hitung yang diperoleh sebesar 4,719 dan hasil F tabel sebesar 5,32. Hasil tersebut menunjukkan  $F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$ , maka  $H_0$  diterima

atau tidak terdapat pengaruh variasi waktu destruksi terhadap kadar timbal dalam sampel. Sehingga, penentuan waktu destruksi terbaik dengan kadar timbal tertinggi tidak dapat ditentukan karena hasil analisis data statistik anova menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan antara ketiga variasi waktu destruksi tersebut.

#### 4.6 Penentuan Kadar Timbal dalam Kerang Darah Berdasarkan Ukuran

Penentuan kadar timbal dalam kerang darah berdasarkan masing-masing ukuran menggunakan larutan pendestruksi terbaik  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1), suhu destruksi terbaik yaitu  $200^\circ\text{C}$ , dan waktu destruksi terbaik 40 menit menghasilkan kadar timbal yang ditampilkan pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Grafik kadar rata-rata timbal dalam kerang darah berdasarkan ukuran

Adapun hasil analisis *one way annova* yang diperoleh dapat ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Hasil uji *one way annova* berdasarkan variasi ukuran kerang

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	0.060	2	0.030	67.414	0.000
Within Groups	0.003	6	0.000		
Total	0.063	8			

Berdasarkan data tersebut, hasil F hitung yang diperoleh dari analisis *one way anova* yaitu sebesar 67,414 dan hasil F tabel sebesar 5,32. Hasil tersebut menunjukkan F hitung > F tabel, maka  $H_0$  ditolak atau terdapat pengaruh variasi ukuran kerang terhadap kadar timbal dalam sampel.

Data grafik pada Gambar 4.5 menunjukkan bahwa kadar timbal tertinggi terdapat pada kerang berukuran sedang yaitu 2,1-3,0 cm sedangkan kadar timbal terendah diperoleh pada kerang berukuran kecil yaitu 1,0-2,0 cm. Ukuran kerang yang kecil akan mengakumulasi logam dalam jumlah yang lebih sedikit daripada ukuran besar. Namun, pada ukuran kerang 2,1-3,0 cm hasil kadar logam yang diperoleh lebih tinggi daripada kerang berukuran lebih dari 3,0 cm. Menurut Niswari (2004), kerang berukuran kurang dari 3,0 cm siap melakukan proses reproduksi karena memiliki nilai indeks kematangan gonad paling tinggi sehingga membutuhkan asupan makanan yang lebih banyak. Makanan yang masuk ke dalam tubuh kerang dapat meningkatkan akumulasi logam timbal. Gonad merupakan organ yang berperan dalam proses reproduksi (Widasari, dkk., 2013). Semakin banyak asupan makanan yang dikonsumsi oleh suatu organisme maka akan meningkatkan ukuran gonad dan mempengaruhi ukuran tubuh organisme tersebut mencapai tingkat kematangan gonad yang siap untuk proses pemijahan (Akbar, dkk., 2014).

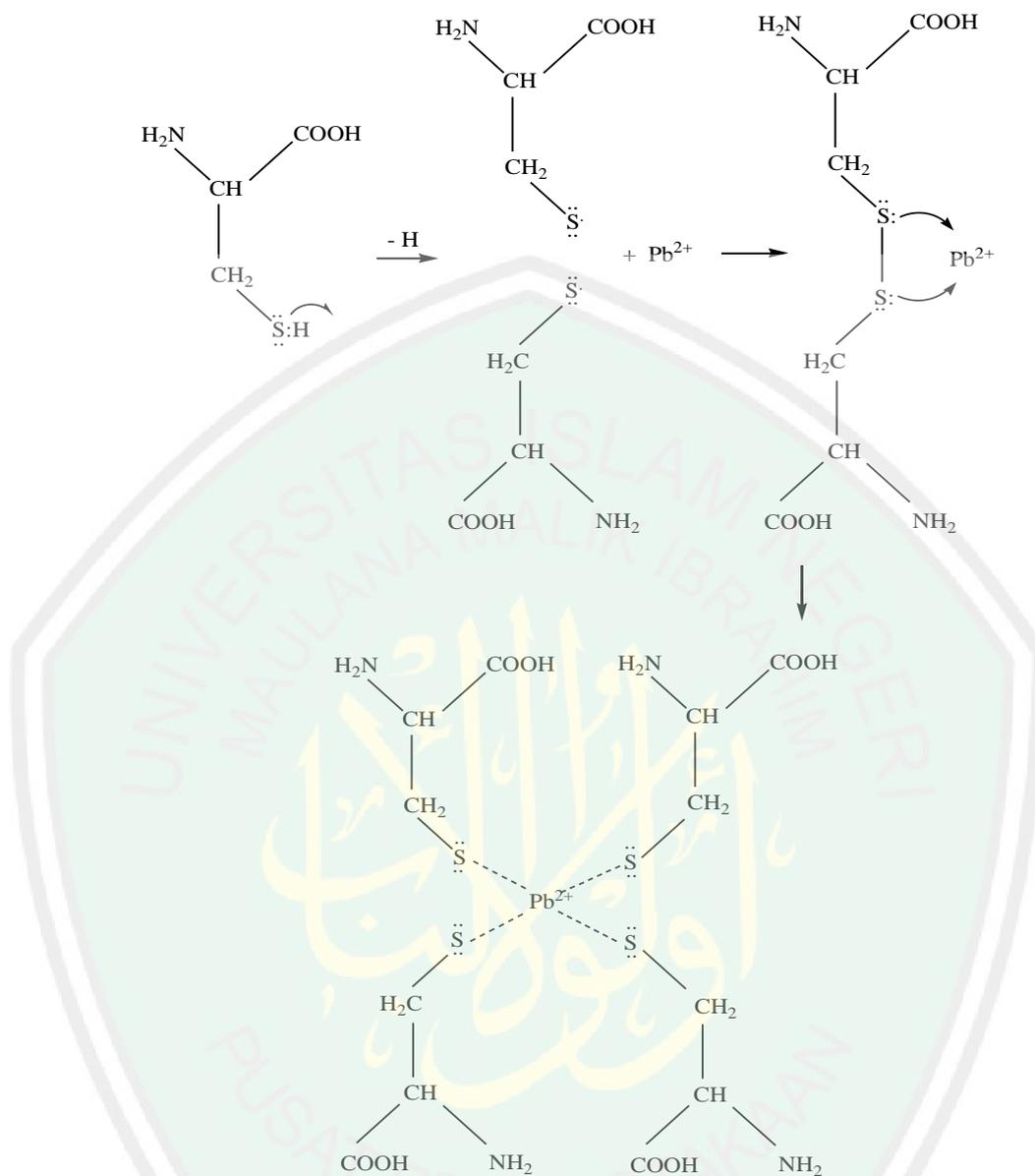
Namun, ukuran kerang yang besar telah mengalami proses pemijahan, sehingga ukuran dari berat tubuhnya berkurang karena kurangnya asupan makanan yang dikonsumsi dan potensi logam yang terakumulasi lebih rendah. Selain itu, Rudiyanthi (2009) menjelaskan semakin besar ukuran kerang, maka kemampuan kerang dalam mengeliminasi logam berat didalam tubuhnya semakin baik, sehingga hasil kadar logam timbal yang diperoleh pada kerang berukuran lebih dari 3,0 cm lebih rendah daripada kerang berukuran kecil (1,0-2,0 cm) maupun berukuran sedang (2,1-3,0 cm).

Kadar timbal dalam kerang pada ukuran sedang (2,1-3,0 cm) sebesar 1,750 mg/kg melebihi ambang batas akumulasi logam timbal pada jenis kerang-kerangan yang ditetapkan berdasarkan Standar Nasional Indonesia No. 7387 yaitu sebesar 1,5 mg/kg. Sedangkan untuk ukuran kecil dan besar, kadar timbal yang diperoleh masih berada di bawah ambang batas. Hasil kadar timbal dalam kerang pada variasi larutan pendestruksi, suhu destruksi, maupun waktu destruksi terbaik menunjukkan hasil kadar yang melebihi ambang batas yang ditetapkan. Dari data tersebut menunjukkan bahwa kerang darah yang berukuran sedang (2,1-3,0 cm) di Pantai Lekok, Kabupaten Pasuruan tidak aman untuk dikonsumsi.

Kerang darah merupakan salah satu sumber protein hewani yang mudah dicerna oleh tubuh. Penelitian Nurjanah, dkk (2005) menunjukkan bahwa kerang darah mengandung protein sebanyak 19,48%. Hewan jenis *crustacea* yang terpapar logam berat cenderung meningkatkan sistem antibodi dengan lebih banyak mensintesa protein pertahanan berupa asam amino metionin dan sistein untuk mempertahankan diri (Laksono, dkk., 2017). Logam timbal yang diabsorpsi dari perairan ke dalam tubuh biota akan melewati membran-membran sel yang tersusun

dari molekul lipid dan molekul protein. Di dalam sel, logam timbal akan membentuk ikatan kompleks dengan molekul protein dalam kerang. Timbal akan berikatan dengan metalotinein melalui residu sistein (Francesconi, 2007). Metalotinein merupakan jenis protein yang berperan dalam mengatur metabolisme logam berat esensial dalam tubuh dan menghilangkan unsur-unsur beracun seperti kadmium dan timbal (Szitanyi, dkk., 1996). Metalotinein mengandung sekitar 26-33% asam amino sistein. Di dalam sistein terdapat gugus sulfhidril (-SH) atau tiol yang berfungsi mengikat ion logam. Kandungan sistein dan tiol yang tinggi menyebabkan daya afinitas yang tinggi terhadap kation bivalen sehingga mampu berikatan kuat dengan logam (Lasut, 2002). Adapun reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.6 (Giles, dkk., 2003):





Gambar 4.6. Reaksi ikatan kompleks logam timbal dengan sistein

Menurut Bettleheim, dkk (2010), logam berat dapat mendenaturasi protein dan berikatan dengan gugus sulfhidril pada protein membentuk jembatan garam. Pada asam amino, terjadi pertukaran ion antara ion H<sup>+</sup> dengan ion logam (Tangio, 2013). Gugus sulfhidril (-SH) pada sistein sangat peka terhadap serangan radikal bebas yang bersumber dari adanya pencemaran lingkungan. Gugus sulfhidril (-SH) akan teroksidasi dengan melepas satu elektron atom H oleh radikal bebas (Lukitasari, 2009) kemudian atom sulfur pada sistein akan membentuk ikatan

disulfida dengan adanya transfer elektron (Giles, dkk., 2003). Logam timbal akan menyerang ikatan disulfida (Palar, 2004) dan berikatan dengan atom sulfur membentuk senyawa kompleks.

Pembentukan senyawa kompleks tersebut terjadi karena adanya reaksi antara ion  $Pb^{2+}$  dengan ligan sistein yang berikatan melalui ikatan kovalen koordinasi dengan adanya donor elektron dari ligan (Winarno, 1991). Atom sulfur pada sistein berperan sebagai atom donor yang berikatan dengan ion logam (Darmono, 1995).

#### 4.7 Kajian Hasil Penelitian Timbal dalam Kerang Darah menurut Perspektif Islam

Kadar rata-rata logam timbal pada kerang darah yang diperoleh berdasarkan penelitian pada ukuran kerang 1,0-2,0 cm adalah 0,646 mg/kg, ukuran 2,1-3,0 cm sebesar 1,750 mg/kg, dan pada ukuran lebih dari 3,0 cm sebesar 1,198 mg/kg. Kadar logam timbal yang diperoleh pada ukuran kerang 2,1-3,0 cm telah melebihi ambang batas sehingga berbahaya untuk dikonsumsi. Segala sesuatu yang ada di dunia ini telah ditetapkan sesuai ketentuan-Nya masing-masing, begitu juga dengan ketetapan manusia mengenai batas kadar logam dalam kerang. Hal ini berkaitan dengan firman Allah dalam Q.S Al-Qamar (54) ayat 49:

إِنَّا كُلَّ شَيْءٍ خَلَقْنَاهُ بِقَدَرٍ

Artinya: “*Sesungguhnya Kami menciptakan segala sesuatu menurut ukuran*”.

Menurut Ali (2009), ayat tersebut dapat ditafsirkan bahwa segala ciptaan Allah berjalan menurut ketentuan dan ukuran. Apapun yang diciptakan-Nya di dunia ini telah memiliki tujuan dan batas masing-masing, sehingga apabila batas tersebut dilewati maka akan menyebabkan kekacauan. Dari ayat tersebut, dapat

dikorelasikan bahwa ketetapan batas akumulasi logam timbal dalam kerang darah yang dapat dikonsumsi oleh manusia tidak seharusnya diabaikan. Karena jika kerang darah yang memiliki kadar logam timbal melebihi ambang batas dikonsumsi maka akan menyebabkan dampak negatif bagi kesehatan manusia itu sendiri.

Akumulasi logam timbal dalam tubuh kerang sebagian besar disebabkan oleh pencemaran akibat aktivitas manusia, seperti membuang limbah pabrik dan limbah rumah tangga di lingkungan sekitar pantai, serta penggunaan bahan bakar perahu motor yang mengandung timbal untuk mencari aneka hasil laut tanpa memikirkan dampak yang berpengaruh terhadap biota laut. Perbuatan manusia yang merusak lingkungan ini telah tercantum dalam firman Allah Q.S. Ar-Rum (30) ayat 41 yang berbunyi:

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

Artinya: “Telah tampak kerusakan di darat dan di laut diakibatkan perbuatan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.

Menurut Basyir (2011), ayat tersebut menjelaskan adanya kerusakan di daratan dan di lautan yang disebabkan oleh bentuk kemaksiatan manusia. Perbuatan maksiat tersebut dapat berupa perbuatan buruk kepada sesama manusia maupun terhadap alam semesta. Perbuatan buruk terhadap alam semesta di darat maupun di laut menyebabkan terjadinya kerusakan alam seperti kekeringan, pencemaran, wabah penyakit, dan lain-lain. Pencemaran air karena adanya kontaminasi logam timbal yang dilakukan oleh manusia merupakan salah satu bentuk kemaksiatan karena mengabaikan kehidupan biota laut dan membahayakan kehidupan manusia.

Padahal Allah telah memerintahkan kepada manusia untuk tidak merusak ciptaan-Nya. Perintah ini terdapat dalam Q.S. Al-A'raaf (7) ayat 56 yang berbunyi:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ حَوْفًا وَطَمَعًا ۚ إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ

Artinya: “Dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi, sesudah (Allah) memperbaikinya dan berdoalah kepada-Nya dengan rasa takut (Tidak akan diterima) dan harapan (akan dikabulkan). Sesungguhnya rahmat Allah amat dekat kepada orang-orang yang berbuat baik”.

Ayat tersebut menunjukkan larangan dalam berbuat kerusakan di bumi dalam bentuk apapun (Basyir, 2011), salah satunya dengan tidak mencemari lingkungan.

Allah menciptakan alam raya ini untuk memenuhi kebutuhan hidup makhluk-Nya.

Sehingga alangkah baiknya jika kita bisa menjaga dan melestarikan lingkungan ini dengan memikirkan dampak dari perbuatan yang kita lakukan terhadap kehidupan makhluk hidup lainnya. Penciptaan manusia di bumi bertujuan untuk menjaga dan melindungi segala ciptaan Allah. Hal ini dijelaskan dalam Q.S. Al-Baqarah (2) ayat 30:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً ۗ قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَن يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ

Artinya: “Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para malaikat: ‘Sesungguhnya Aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi’. Mereka berkata: ‘Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?’. Tuhan berfirman: ‘Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui’”.

Tafsir Wajiz (2008) menjelaskan bahwa kata خليفة diartikan sebagai Nabi Adam a.s. dan generasi umat manusia yang menggantikan generasi-generasi sebelumnya. Khalifah tersebut berperan dalam melestarikan dan menjaga bumi dalam segala aspek, baik dari alam semesta maupun makhluk hidup termasuk sikap dan perilaku manusia di bumi berdasarkan hukum-hukum dan ketentuan Allah.

Sehingga dari ayat tersebut, makna khalifah jika dikorelasikan dalam hal ini yaitu peran manusia dalam melindungi dan menjaga kehidupan biota laut dengan tidak mengotori daerah perairan agar tidak terjadi pencemaran logam timbal yang dapat memberikan dampak negatif pada manusia dan makhluk hidup yang hidup didalamnya.

Permasalahan lingkungan alam semakin meningkat seiring berjalannya waktu dengan berkembangnya teknologi dan industri. Manusia menjadi sibuk mengurus kebutuhan masing-masing tanpa memperhatikan lingkungan sekitarnya. Allah menciptakan manusia di bumi sebagai khalifah untuk memakmurkan bumi. Tugas manusia sebagai khalifah adalah untuk menjaga dan bertanggung jawab atas dirinya sendiri, antar sesama manusia, dan terhadap alam sebagai sumber penghidupan manusia (Watsiqotul, dkk., 2018). Tanggung jawab manusia sebagai khalifah yaitu dengan mengelola alam dan kehidupan sosial didalamnya dengan sebaik-baiknya. Kehidupan manusia sangat bergantung pada komponen-komponen ekosistem yang lainnya. Manusia mencari makanan di daratan dan di lautan, oleh karena itu kehidupan biota laut yang baik akan menghasilkan makanan yang baik pula untuk tubuh manusia. Dengan menyeimbangkan kebutuhan manusia dan kelestarian alam, khususnya daerah perairan, alangkah baiknya jika manusia mulai memperhatikan kerusakan maupun pencemaran yang terjadi disekitarnya.

Pencemaran air karena mengandung logam timbal yang sebagian besar disebabkan oleh aktivitas manusia yang tidak bertanggung jawab sudah seharusnya diperhatikan. Air yang mengandung logam timbal akan masuk ke dalam tubuh kerang dan dikonsumsi oleh manusia. Kerang mengandung gizi tinggi berupa protein, vitamin, mineral, omega-3 dan senyawa antioksidan yang bermanfaat bagi

tubuh. Namun, jika kita mengonsumsi kerang yang terakumulasi logam timbal secara berlebihan maka akan membahayakan kesehatan tubuh, diantaranya dapat merusak sistem saraf, sistem pembentukan darah, sistem reproduksi, gangguan pada jantung, ginjal, tekanan darah tinggi, dan lain-lain (Ardillah, 2016).

Untuk memenuhi tugas manusia sebagai khalifah di bumi, kita harus melindungi kelestarian hewan laut, khususnya kerang di perairan dengan mengurangi kadar timbal yang masuk ke dalam perairan. Hal-hal yang bisa dilakukan sebagai upaya untuk mengurangi kadar logam timbal dalam perairan diantaranya mengurangi penggunaan bahan bakar bebas timbal, mengurangi adanya pembuangan limbah pabrik maupun rumah tangga yang dapat meningkatkan kadar timbal dalam air, serta adanya penanaman tanaman air yang dapat mengurangi pencemaran logam timbal seperti eceng gondok. Eceng gondok yang berperan sebagai gulma dapat dimanfaatkan untuk mengurangi kadar logam karena mampu menyerap logam yang terdapat di dalam air.

## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

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

1. Variasi komposisi zat pendestruksi terbaik menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam timbal (Pb) pada kerang darah adalah larutan  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  dengan perbandingan 1:1.
2. Variasi suhu destruksi terbaik menggunakan *microwave digestion* untuk analisis logam timbal (Pb) pada kerang darah adalah suhu  $200^\circ \text{C}$ , sedangkan variasi waktu destruksi tidak berpengaruh terhadap kadar timbal dalam sampel berdasarkan hasil uji statistik *one way anova*.
3. Kadar logam timbal (Pb) dalam kerang darah pada ukuran kecil (1-2 cm), sedang (2,1-3 cm), dan besar ( $>3$  cm) berturut-turut adalah sebesar 0,646, 1,750, dan 1,198 mg/kg.
4. Hasil validasi kurva baku logam timbal (Pb) berdasarkan beberapa parameter adalah linearitas dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) = 0,9947, nilai batas deteksi sebesar 0,124 mg/L, dan nilai batas kuantisasi sebesar 0,413 mg/L.

#### 5.2 Saran

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya agar dapat mengembangkan penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Perlu dilakukan penelitian menggunakan variasi konsentrasi larutan pendestruksi untuk melihat pengaruh kadar logam yang diperoleh.
2. Perlu adanya variasi suhu dan waktu destruksi lanjutan untuk mengetahui kemampuan optimum dari variasi tersebut dalam proses destruksi menggunakan *microwave*.
3. Sebaiknya dilakukan analisis kadar logam lain, seperti logam merkuri (Hg) dalam kerang.



## DAFTAR PUSTAKA

- Adriyani, R. dan Mahmudiono, T. 2009. Kadar Logam Berat Cadmium, Protein dan Organoleptik pada Daging Bivalvia dan Perendaman Larutan Asam Cuka. *Jurnal Penelitian Medika Eksakta*. 8(2): 152-161.
- Afiati, N. 2005. Bioaccumulation of Trace Metals in the Blood Clam *Anadara granosa* (Arcidae) and Their Implications for Indicator Studies. *Second International Seminar on Environmental Chemistry and Toxicology*. 1-10.
- Akbar, J., Bahtiar, Ishak E., 2014. Studi Morfometrik Kerang Kalandue (*Polymesoda erosa*) di Hutan Mangrove Teluk Kendari. *Jurnal Mina Laut Indonesia*. 4(1): 1-12. ISSN: 2303-3959.
- Ali, A. Y. 2009. *Tafsir Yusuf Ali: Tafsir Qur'an 30 Juz*. Bogor: Pustaka Litera AntarNusa.
- Al-Ashfahani, A. 2017. *Kamus Al-Qur'an Jilid 3*. Jawa Barat: Pustaka Khazanah Fawa'id.
- Amaral, J. H., Rezende, V. B., Quintana, S. M., Gerlach, R. F., Barbosa, F., Tanus-Santos, J. E. 2010. The Relationship Between Blood and Serum Lead Levels in Peripartum Women and Their Respective Umbilical Cords. *Basic & Clinical Pharmacology & Toxicology*. 107(6): 971-975. DOI:10.1111/j.1742-7843.2010.00616.x.
- Amriani, B. H. dan Hadiyanto. A. 2011. Bioakumulasi Logam Berat Timbal (Pb) Dan Seng (Zn) Pada Kerang Darah (*Anadara granosa* L.) dan Kerang Bakau (*Polymesoda bengalensis* L.) Di Perairan Teluk Kendari. *Jurnal Ilmu Lingkungan Universitas Diponegoro*. 9(2): 45-50. DOI:10.14710/jil.9.2.45-50.
- Anderson, R. 1991. *Sample Pretreatment and Separation: Analytical Chemistry by Open Learning*. Singapore: John Wiley & Sons.
- Andrew, Siregar, Y. I., Efriyeldi. 2014. Kandungan Logam Berat Pb, Cu, Zn pada Daging dan Cangkang Kerang Hijau (*Perna Viridis*) Di Perairan Tanjung Balai Asahan. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Riau, Pekanbaru.
- Araujo, R. G. O., Macedo, S. M., Korn, M. das G. A., Pimentel, M. F., Bruns, R. E., Ferreira, S. L. C. 2008. Mineral Composition of Wheat Flour Consumed in Brazil Cities. *Journal of the Brazilian Chemical Society*. 19(5). 935-942. DOI:http://dx.doi.org/10.1590/S0103-50532008000500019.

- Ardillah, Y. 2016. Faktor Risiko Kandungan Timbal di dalam Darah. *Jurnal Ilmu Kesehatan Masyarakat*. 7(3): 150-155. DOI: <https://doi.org/10.26553/jikm.2016.7.3.150-155>.
- Ardyanto, D. 2005. Deteksi Pencemaran Timah Hitam (Pb) dalam Darah Masyarakat yang Terpajan Timbal (Pb). *Jurnal Kesehatan Lingkungan*. (2) 1: 68.
- Arif, S. 2015. Manusia dan Agama. *Islamuna*. 2 (2): 149-166.
- Ar-Rifa'i, A. K. 2008. *Tafsir Wajiz*. Jakarta: Gema Insani.
- Asrori, Z., Nuriyah, L., Santjojo, D. H., Masruroh. 2013. Pengaruh Waktu Redoks terhadap Tingkat Kemurnian Karbon Berbahan Dasar Tempurung Kelapa Hasil Karbonisasi *Simple Heating*. *Natural B*. 2 (2): 140-144.
- Aunurohim, Radenac, G., Fichet, D. 2006. Konsentrasi Logam Berat pada Makrofauna Bentik di Kepulauan Kangean Madura. *Journal of Biological Research*. 12 (1): 79-85. DOI:<https://doi.org/10.23869/bphjbr.12.1.200614>.
- Badan Standarisasi Nasional No. 7378. 2009. *Batas Maksimum Cemaran Logam Berat Dalam Pangan*. Jakarta : BSN.
- Barnes, L. G., Domning, D. P., Ray, C. E. 1985. Status of Studies On Fossil Marine Mammals. *Marine Mammal Science*. 1: 15-53.
- Basyir, H., Karimi, I., Sikhu A., Habiburrahim. 2011. *Tafsir Al-Muyassar*. Solo: An-Naba'.
- Berghof. 2005. Theory of Sample Preparation Using Acid Digestion, Pressure Digestion and Microwave Digestion (Microwave Decomposition). *Labor-Technik*.
- Bettleheim F. A., Brown W. H., Campbell M. K., Farrell S. O. 2010. *Introduction to General, Organic, and Biochemistry*. 9<sup>th</sup> Ed. Belmont (US): Brook/Cole Cengage Learning.
- Bin Jarir Ath-Thabari, A. J. M. 2008. *Tafsir Ath-Thabari*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Bizzi, C. A., Nobrega, J. A., Barin J. S. 2014. Diluted Acids in Microwave-Assisted Wet Digestion. dalam *Microwave-Assisted Sample Preparation for Trace Element Determination*. USA: Elsevier.179-204. DOI: 10.1016/B978-0-444-59420-4.00006-4.
- Brass, G. M. dan Strauss, W. 1981. *Air Pollution Control*. New York: John Willey & Sons.

- Broom, M. J. 1985. *The Biology and Culture of Marine Bivalve Molluscs of the Genus Anadara*. Manila, Philippines: ICLARM (International Center for Living Aquatic Resources Management).
- Daluningrum, I. P. W. 2009. Penapisan Awal Komponen Bioaktif dari Kerang Darah (*Anadara granosa*) Sebagai Senyawa Antibakteri. *Skripsi*. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan IPB, Bogor.
- Darmono. 1995. *Logam dalam sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI-Press.
- Demirel, S., Tuzen, M., Saracoglu, S., Soylak, M. 2008. Evaluation of Various Digestion Procedures for Trace Element Contents of Some Food Materials. *Journal of Hazardous Materials*. 152. 1020–1026. DOI:10.1016/j.jhazmat.2007.07.077.
- Depkes, 2001. *Kerangka Acuan Uji Petik Kadar Timbal (Pb) pada Spesimen Darah Kelompok Masyarakat Berisiko Tinggi Pencemaran Timbal*. Jakarta: Departemen Kesehatan RI.
- Desimoni, E. dan Brunetti, B. 2015. About Estimating the Limit of Detection by Signal to Noise Approach. *Pharmaceutica Analytica Acta*. 6(4). DOI: 10.4172/2153-2435.1000355.
- Dewi, D. C., Fauziyah, B., Suryadinata, A., Annisa, D., Afifah, N. 2013 Optimasi Metode Penentuan Kadar Logam Tembaga dan Timbal dalam Gula Pasir Secara Spektrofotometri Serapan Atom dengan Destruksi *Microwave Digestion*. *ALCHEMY*. 2(2): 118-125. DOI:<http://dx.doi.org/10.18860/al.v0i0.2884>.
- Dimpe, K. M., Ngila, J. C., Mabuba, N., Nomngongo, P. N. 2015. Evaluation of Sample Preparation Method For the Detection of Total Metal Content Using Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) in Wastewater and Sludge. *Physics and Chemist of the Earth*. Department of Applied Chemistry. University of Johannesburg. DOI:10.1016/j.pce.2014.11.006.
- Emawati, E., Aprianto, R., Musfiroh, I. 2015. Analisis Timbal dalam Kerang Hijau, Kerang Bulu, dan Sedimen di Teluk Jakarta. *Indonesian Journal of Pharmaceutical Science and Technology*. 2(3): 105-111. DOI:<https://doi.org/10.15416/ijpst.v2i3.7907>.
- Enanmorado-Baez, S. M., Abril, J. M., Gomez-Guzman, J. M. 2013. Determination of 25 Trace Element Concentrations in Biological Reference Materials by ICP-MS Following Different Microwave-Assisted Acid Digestion Methods Based on Scaling Masses of Digested Samples. *ISRN Analytical Chemistry*. DOI:<http://dx.doi.org/10.1155/2013/851713>.

- Erlangga. 2007. Efek Pencemaran Perairan Sungai Kampar Di Provinsi Riau Terhadap Ikan Baung (*Hemibagrus nemurus*). Tesis. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Ermer, J., dan Miller, J. H. McB. 2005. *Method Validation in Pharamteucal Analysis*. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Ershadi, S., dan Shayanfar, A. 2018. Are LOD and LOQ Reliable Parameters for Sensitivity Evaluation of Spectroscopic Methods?. *Journal of AOAC International*. 101(4). DOI: <https://doi.org/10.5740/jaoacint.17-0363>.
- Esen, Cem dan Balci, Ahmet. 2008. Application of Microwave-Assisted Digestion to Trace Heavy Metal Determination in Sea Sediment Sample. *Hacettepe Journal of Biology and Chemistry*. 36(2): 123-128.
- Eshmat, M. E., Mahasri, G., Rahardja, B. S. 2014. Analisis Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dan Cadmium (Cd) pada Kerang Hijau (*Perna viridis L.*) di Perairan Ngemboh Kabupaten Gresik Jawa Timur. *Jurnal Ilmiah Perikanan dan Kelautan*. 6(1): 101-108.
- Fardiaz. S. 1992. *Polusi Air dan Udara*. Yogyakarta: Kanisius.
- Francesconi, K. A. 2007. Toxic Metal Species and Food Regulations Making a Healty Choice. *The Analyst*. 132: 17-20. DOI: 10.1039/b610544k.
- Geana, E. I., Iordache, A. M., Voica, C., Culea, M., Ionete, R. E. 2011. Comparison of Three Digestion Methods for Heavy Metals Determination in Soils and Sediments Materials by ICP-MS Technique. *Asian Journal of Chemistry*. 23(12): 5213-5216.
- Gholami, M., Bekhami S., Zain S. M., Bakirdere, S. 2016. A Simple Design for Microwave Assisted Digestion Vessel with Low Reagent Consumption Suitable for Food and Environmental Samples. *Scientific Reports*. 1-8. DOI:10.1038/srep37186.
- Giles, N. M., Watts, A. B., Giles, G. I., Fry, F. H., Littlechild, J. A., Jacob, C. 2003. Metal and Redox Modulation of Cysteine Protein Function. *Elsevier Science*. 10: 677-693. DOI: 10.1016/S1074-5521(03)00174-1.
- Hadi, A. 2010. Penentuan Batas Deteksi Metode (*Method Detection Level*) dan Batas Kuantisasi (*Limit Of Quantitation*) Pengujian Sulfida dalam Air dan Air Limbah dengan Biru Metilen Secara Spektrofotometer. *Ecolab*. 4(2): 70-80.
- Hamilton, M. A., Rode P. W., Merchant M. E., Sneddon J. 2007. Determination and Comparison of Heavy Metals in Selected Seafood, Water, Vegetation and Sediments by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry From an Industrialized and Pristine Waterway in Southwest Louisiana.

*Microchemical Journal*. 88: 52-55.  
DOI:<https://doi.org/10.1016/j.microc.2007.09.004>.

- Harmita, 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1(3): 117-135. ISSN: 1693-9883.
- Harvey, D. 1956. *Modern Analytical Chemistry*. USA: The McGraw-Hill Companies, Inc.
- Haryono M. G., Mulyanto, Kilawati, Y. 2017. Kandungan Logam Berat Pb Air Laut, Sedimen, dan Daging Kerang Hijau *Perna viridis*. *Jurnal Ilmu dan Kelautan Tropis*. 9(7): 1-7.
- Hassan, K. J., Zubairu, M. S., Uwaisu, U. B. 2015. The Concentrations of Heavy Metals in Fish Samples From Dukku River in Kebbi State of Nigeria. *International Journal of Environment and Bioenergy*. 10(2): 122-130.
- Hasyimi, R., Agustono, Paramita, W. 2018. Kandungan Kolesterol Pada Kerang Darah (*Anadara granosa*) dari Hasil Tangkap di Kenjeran Surabaya, Sedati Sidoarjo, dan Bancaran Bangkalan. *Journal of Marine and Coastal Science*. 7(1): 12-20.
- Hidayat, Y. S. 2016. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang.
- Hutagalung, H. P. 1991. Pencemaran Laut Oleh Logam Berat dalam Status Pencemaran Laut di Indonesia dan Teknik Pemantauannya. *P30-LIPI*. 45-59.
- Jarapala, S. R., Vasudeva, R. Y., Devindra, S., Longvah, T. 2014. Analysis Of Heavy Metal Concentrations In Indian Marine Fish Using ICP-MS After Closed Vessel Micro Wave Digestion Method. *International Journal of Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 4(3): 67-73.
- Kartikasari, M. 2015. Analisis Logam Timbal (Pb) pada Buah Apel (*Pylus Malus L*) dengan Metode Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Malang: Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim.
- Khopkar, S. M. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kingston, H. M. dan Haswell, S. J. 1997. *Microwave-Enhanced Chemistry: Fundamentals, Sample Preparation and Applications*. Washington, USA: American Chemical Society.
- Laksono, A., Kartika, R., Hindryawati N., 2017. Analisis Kadar Logam Pb (Timbal) dan Kandungan Protein pada Teritip (*Balanus. sp*) di Pesisir Pulau Bunyu

- Kalimantan Utara. *Prosiding Seminar Nasional Kimia*. 213-221. ISBN: 978-602-50942-0-0.
- Lasut, M. T., 2002. 'Metallothionein': Suatu Parameter Kunci yang Penting dalam Penetapan Baku Mutu Air Laut (BMAL) Indonesia. *Ekoton*. 2(1): 61-68. ISSN: 1412-3487.
- Latifah, A. 2011. *Karakteristik Morfologi Kerang Darah*. Bogor: Departemen Teknologi Hasil Perairan Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Institut Pertanian Bogor.
- Lazarus, V. M., Sekovanic, A., Kljakovic-Gaspic, Z., Orct, T., Jurasovic, J., Kusak, J., Reljic, S., Huber, D. 2013. Cadmium and Lead in Grey Wolf Liver Samples: Optimisation of a Microwave-Assisted Digestion Method. *Scientific Paper*. 395-403. DOI:10.2478/10004-1254-64-2013-2323.
- Low, K. H., Zain M. S., Abas M. R., 2012. Evaluation of Microwave-Assisted Digestion Condition for the Determination in Fish Samples by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry Using Experimental Designs. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*. 92(10): 1161-1175. DOI: <https://doi.org/10.1080/03067319.2010.548093>.
- Lukitasari, A. 2009. Pembentukan Senyawa Oksigen Reaktif. *Jurnal Kedokteran Syiah Kuala*. 9(1): 31-39.
- Marganof, 2003. *Potensi Limbah Udang Sebagai Penyerap Logam Berat (Timbal, Kadmium, Tembaga) di Perairan*. Unpublished. Pengantar ke Falsafah Sains Program Pascasarjana S3 IPB, Bogor.
- Matusiewicz, H. 2003. Wet Digestion Methods. *Comprehensive Analytical Chemistry, Soils, and Oils*. USA: Environmental Protection Agency.
- Melinda, M., Sari, S. P., Rosalina, D. 2015. Kebiasaan Makan Kerang Kepah (*Polymesoda erosa*) di Kawasan Muara Pantai Pasir Padi. *OSEATEK*. 9(1): 35-44. ISSN 1858-4519.
- Mello, P. A., Barin, J. S., Guarnieri, R. A. 2014. *Microwave Heating*. dalam *Microwave-Assisted Sample Preparation for Trace Element Determination*. USA: Elsevier. 59-75. DOI: 10.1016/B978-0-444-59420-4.00002-7.
- Miettinen, J. K. 1977. *Inorganic Trace Element as Water Pollutan to Healt and Aquatic Biota*. Dalam F. Coulation an E. Mrak, Ed. *Water Quality Procced of an Int. Forum*. New york: Academic Press.
- Muinde, V. M., Nguu, E. K., Ogoyi, D. O., Shiundu, P. M. 2013. Effect of Heavy Metal Pollution on Omega-3 Polyunsaturated Fatty Acid Levels in Tilapia Fish from Winam Gulf of Lake Victoria. *The Open Environmental Engineering Journal*. 6: 22-31. DOI: [10.2174/1874829501306010022](https://doi.org/10.2174/1874829501306010022).

- Mulja, J. C. dan Miller J. N. 1991. *Statistika Untuk Kimia Analisis Edisi Kedua*. Terjemahan Suroso. Bandung: ITB.
- Niswari, A. P. 2004. Studi Morfometrik Kerang Hijau (*Perna viridis L.*) di Perairan Cilincing, Jakarta Utara. *Skripsi*. Program Studi Ilmu Kelautan, FPIK, IPB, Bogor.
- Noor, A. 1989. *Spektroskopi Analitik*. Ujung Pandang: Laboratorium Kimia Analitik Jurusan Kimia. FMIPA. UNHAS.
- Nurjanah, Zulhamsyah, Kustiyariyah. 2005. Kandungan Mineral dan Proksimat Kerang Darah (*Anadara granosa*) yang diambil dari Kabupaten Boalemo, Gorontalo. *Buletin Teknologi Hasil Perikanan*. 8(2): 1-4. DOI:<http://dx.doi.org/10.17844/jphpi.v8i2.1012>.
- Nurjannah, N. A. 2017. Analisis Cemaran Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kerang Darah (*Anadara granosa*) dan Kerang Patah (*Meretrix lyrata*) di Muara Angke Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. *Jurnal Riset Kesehatan*. 9(2): 9-18.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- \_\_\_\_\_. 2004. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- \_\_\_\_\_. 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat. Cetakan Keempat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Patnaik, P. 2004. *Dean's Analytical Chemistry Handbook. Second Edition*. New York: McGraw-Hill Comp.
- Prasetya, J. D., Widowati, I., Suprijanto, J. 2006. Tingkat bioakumulasi logam berat Pb (timbal) pada jaringan lunak Polymesoda erosa (*Moluska bivalve*). *Prosiding Seminar Nasional Hasil Penelitian Perikanan dan Kelautan*.
- Perdana, N. D., Wardhani, S., Khunur, M. M. 2014. Pengaruh Penambahan Hidrogen Peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) terhadap Degradasi Methylene Blue dengan Menggunakan Fotokatalis ZnO-Zeolit. *Kimia Student Journal*. 2 (2): 576-582.
- Qurthubi, S. I. 2009. *Tafsir al-Qurthubi*. Jakarta: Pustaka Azzam.
- Quthb, S. 2003. *Tafsir Fi Zhilalil Qur'an di Bawah Naungan Al-Qur'an Jilid VII*. Jakarta: Gema Insani Press.
- Rahmawati, Hamzah, B., Nuryanti, S. 2015. Analisis Kadar Timbal (Pb) Dalam Daging Kerang Bakau (*Polymesoda Erosa*) Dan Kerang Darah (*Anadara Granosa*) Di Perairan Salule Pasangkayu Sulawesi Barat. *Jurnal Akademi Kimia*. 4(2): 78-83. ISSN 2302-6030.

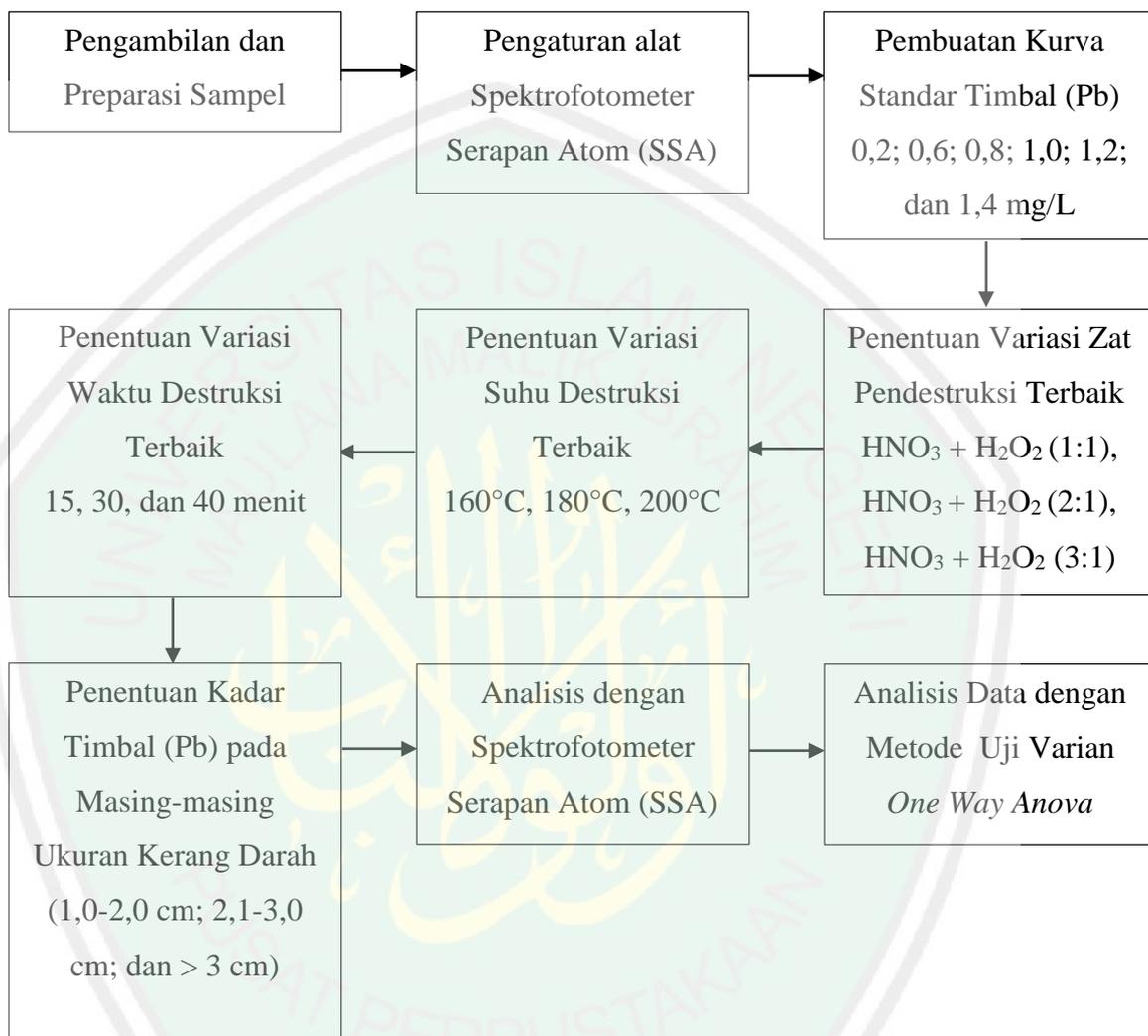
- Rifqi I. A., Dewi, D. C., Naschihuddin, A. 2015. Penentuan Kadar Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih Menggunakan Destruksi Basah Tertutup Secara Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD). *Journal Of Chemistry*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Ristanti, Suratman, A. D., Widiyanto, A. F. W. 2013. Analisis Kandungan Logam Timbal (pb) dan Laju Konsumsi Aman Kerang Kepah (*Polymesoda erosa*) di Sungai Donan Cilacap. *Jurnal Kesmas Indonesia*. 6(2): 85-93.
- Riyanto, 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Rochyatun, E., Kaisupy, M. T., Rozak, A. 2006. Distribusi Logam Berat dalam Air dan Sedimen Di Perairan Muara Sungai Cisadane. *Makara, Sains*.10 (1): 35-40. doi:<https://doi.org/10.7454/mss.v10i1.151>.
- Rodiana, Y., Maulana, H., Masitoh, S., Nurhasni. 2013. Pengkajian Metode Untuk Analisis Total Logam Berat dalam Sedimen Menggunakan *Microwave Digestion*. *Ecolab*. 7(2): 49-108. DOI:<https://doi.org/10.20886/jklh.2013.7.2.71-80>.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Rudiyanti, S. 2009. Biokonsentrasi Kerang Darah (*Anadara granosa Linn*) Terhadap Logam Berat Cadmium (Cd) Yang Terkandung Dalam Media Pemeliharaan Yang Berasal Dari Perairan Kaliwunggu, Kendal. *Seminar Nasional Semarang Perikanan Expo*. 184-195.
- Sada, H. J. 2016. Manusia dalam Perspektif Agama Islam. *Al-Tadzkiyyah: Jurnal Pendidikan Islam*. 7: 129-142.
- Sasnika, Karina, S., Nurfadillah. 2017. Analisis Logam Pb pada Kerang *Anadara granosa* dan Air Laut di Kawasan Pelabuhan Nelayan Gampong Deah Glumpang Kota Banda Aceh. *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Kelautan dan Perikanan Unsyiah*. 2(1): 74-79. ISSN 2527-6395.
- Sastrohamidjojo, H. 2001. *Spektroskopi*. Yogyakarta: Liberty.
- Settle, F. A. 1997. *Handbook of Instrumental Techniques For Analytical Chemistry*. New Jersey: Prentice-Hall.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah*. Jakarta: Lentera Hati.
- \_\_\_\_\_. 2003. *Tafsir Al-Mishbah*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sineo, 2010. *Application Manual of Microwave Digestion*. China. Sineo Microwave Chemistry Technology.

- Spada, L., Annicchiarico, C., Cardellicchio, N., Giandomenico, S., Di Leo, A. 2013. Heavy Metals Monitoring in the Mussels *Mytilus galloprovincialis* From the Apulian Coast (Southern Italy). *Mediterranean Marine Science*. 14(1): 99-108. DOI:<http://dx.doi.org/10.12681/mms.323>.
- Stone, D. dan J. Ellis. 2008. Calibration and Linear Regression Analysis: A Self-Guided Tutorial. *CHM314 Instrumental Analysis*. 1-8.
- Sumar, H., Kadarohman, A., Sumarna, A. A., Supriatna, A. 1994. *Kimia Analitik Instrumen Edisi ke Satu*. Semarang: IKIP.
- Sunarya, Y. 2007. *Kimia Umum*. Bandung: Grafindo.
- Suseno, H. 2006. Bioakumulasi Kadmium Melalui Jalur Air Laut pada Kerang Hijau (*Perna viridis*): Studi Pengambilan dan Depurasi Kadmium Menggunakan Perunut . *Prosiding PPI*. 167-174.
- Suwignyo, S., Widigdo, B., Wardiatno, Y., Krisanti, M. 2005. *Avertebrata Air untuk Mahasiswa Perikanan. Jilid 2*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*. Yogyakarta: Laboratorium Instrumentasi Terpadu UII.
- Szitanyi, Z., Nemes, C., Rozlosnik, N. 1996. Metallothionein and Heavy Metal Concentration in Blood. *Microchemical Journal*. 54: 246-251.
- Tanase, A., Vamanu, A., Niculae, C., Patroescu, C. 2004. Optimized Microwave Digestion Method for Iron and Zinc Determination by Flame Absorption Spectrometry in Fodder Yeasts Obtain From Paraffin, Methanol and Ethanol. *Chimie, Anul XIII*. 1-11: 117-124.
- Tangio, J. S. 2013. Adsorpsi Logam Timbal (Pb) dengan menggunakan Biomassa Eceng Gondok (*Eichhorniacrassipes*). *Jurnal Entropi*. 3(1): 500-506.
- Taylor, M. 2005. *Developments in Microwave Chemistry*. Evalueserve. All Right Reserved.
- Loon, Van, J. C. 1980. *Analytical Atomic Absorption Spectroscopy of Geology and Chemistry*. Canada: Universitas Toronto.
- Varian. 2010. *Prinsip Kerja AAS-AA240, Pengoperasian dan Cara Perawatannya*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Vogel. 1985. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro Edisi Kelima Jilid I*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.

- Watsiqotul, Sunardi, dan Agung, L. 2018. Peran Manusia Sebagai Khalifah Allah di Muka Bumi Perspektif Ekologis dalam Ajaran Islam. *Jurnal Penelitian*. 12 (2): 355-378.
- Weisz, P. B. 1973. *The Science of Zoology. Second Edition*. United State of America: McGraw-Hill Inc.
- Widasari, F. N., Wulandari, S. Y., Supriyantini, E., 2013. Pengaruh Pemberian *Tetraselmis chuii* dan *Skeletonema costatum* Terhadap Kandungan EPA dan DHA pada Tingkat Kemataangan Gonad Kerang Totok (*Polymesoda erosa*). *Journal of Marine Research*. 2(1): 15-24.
- Widowati, W., Sastiono, A., Rumampuk, R. J. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: Andi Offset.
- Winefordner, J. D., dan Long, G. L. 1983. Limit of Detection. *Analytical Chemistry*. 55(7): 712-724.
- Wulandari, E. A., dan Sukesu. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd, dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma cottonii*). *Jurnal Sains dan Seni Pomits*. 2(2): 15-17.
- Yaqin, K., Nursyamsiah, Umar, M. T., Fachruddin, L., Bachtiar, B. 2014. Apakah Variasi Ukuran Panjang Cangkang Memengaruhi Konsentrasi Logam Timbal di dalam Daging Kerang Hijau *Perna viridis*?. *Simposium Nasional I Kelautan dan Perikanan*. MSP-10: 1-13.

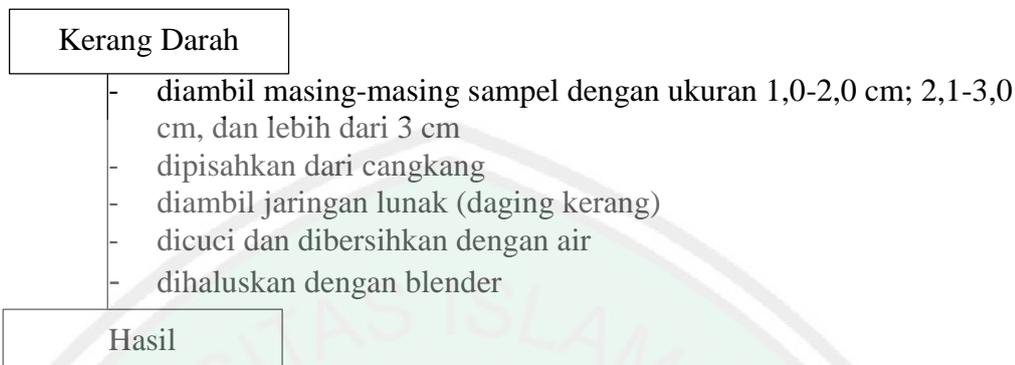
## LAMPIRAN

## Lampiran 1 : Rancangan Penelitian

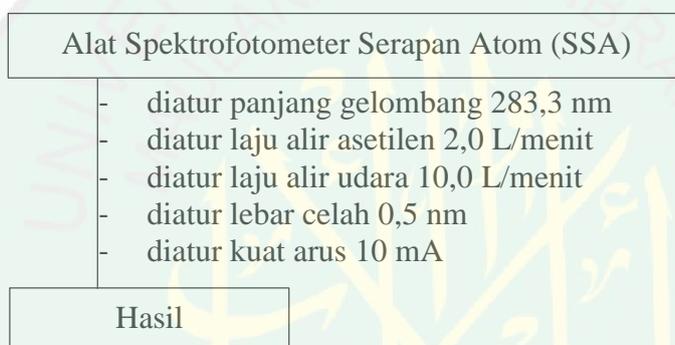


## Lampiran 2 : Diagram Alir

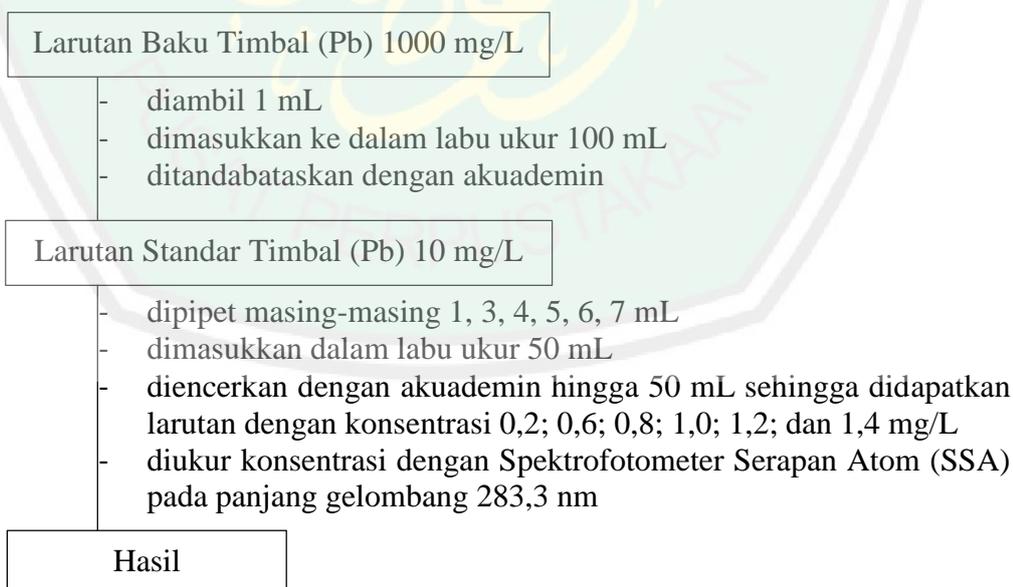
### 1. Pengambilan dan Preparasi Sampel



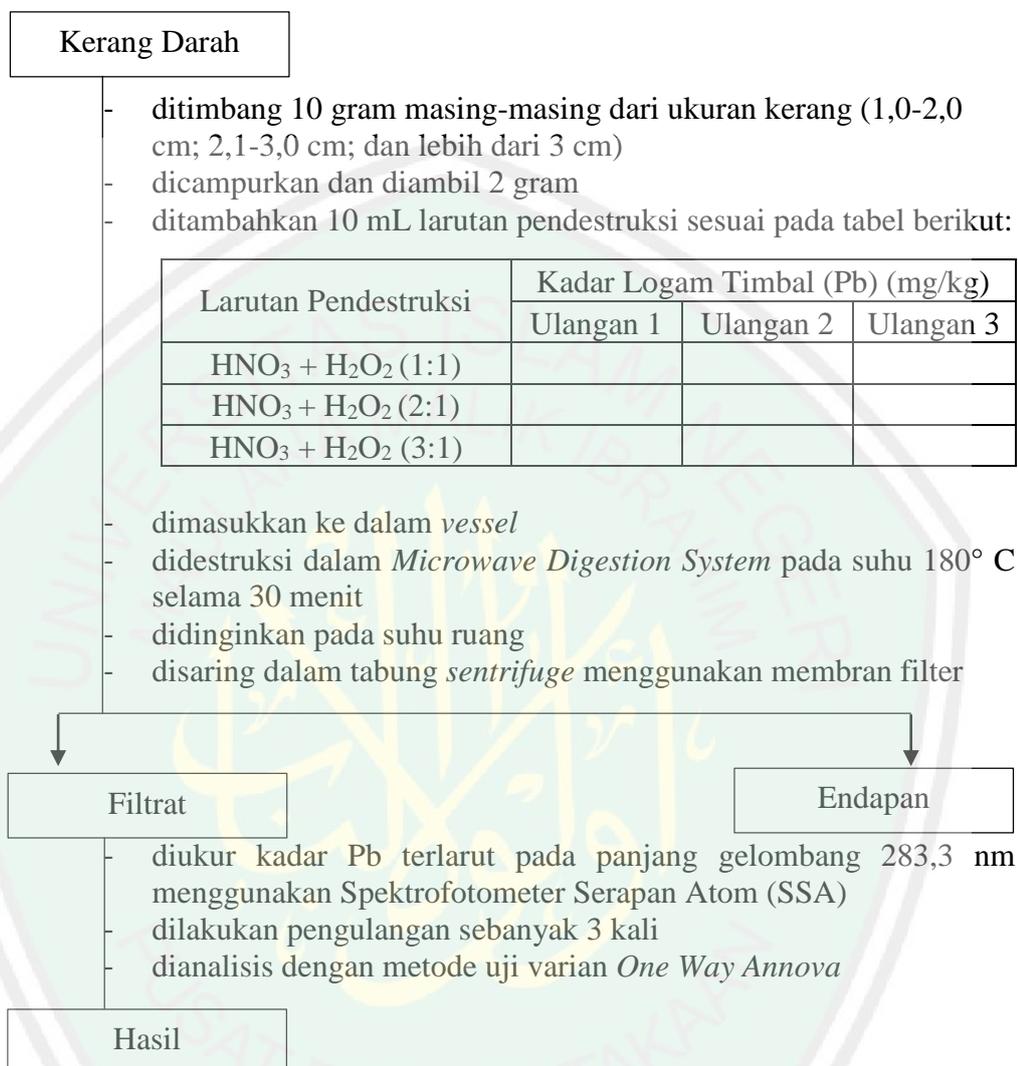
### 2. Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)



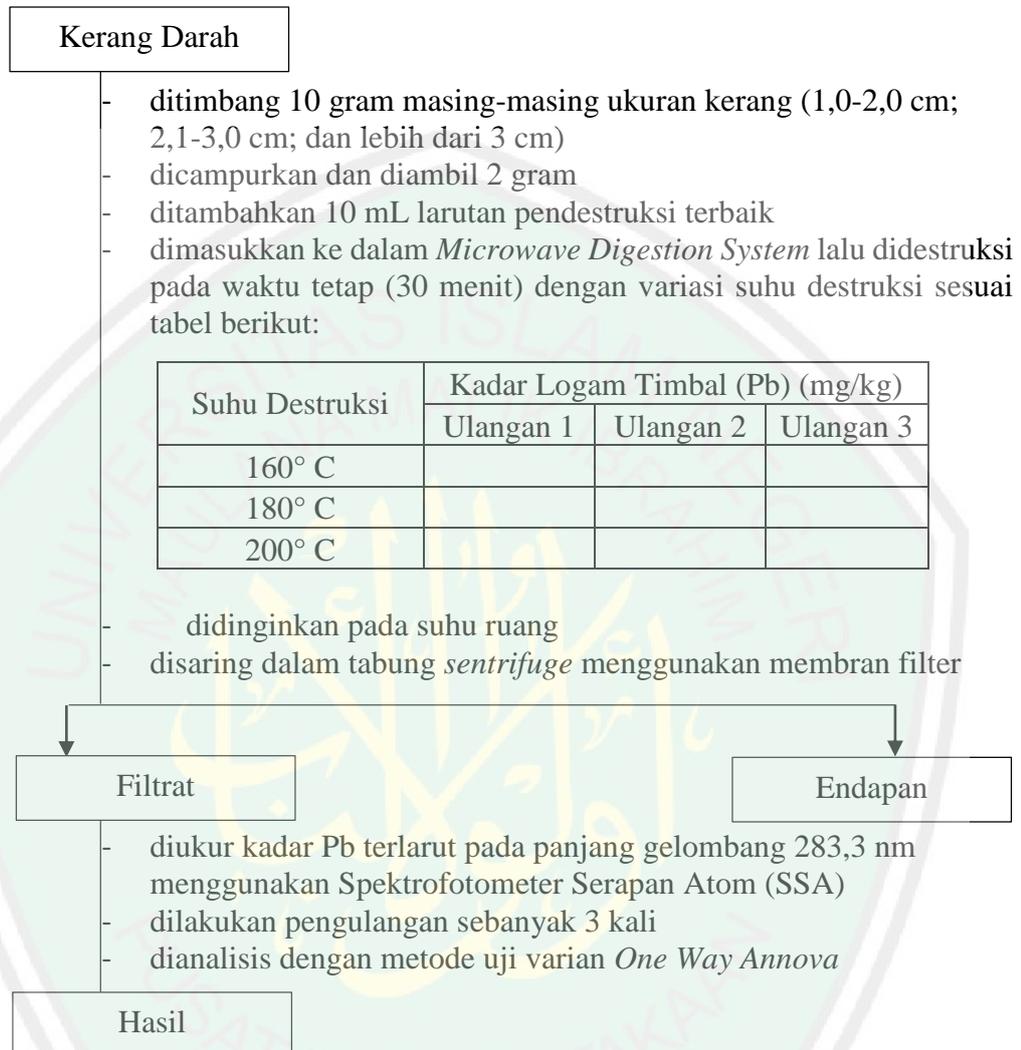
### 3. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)



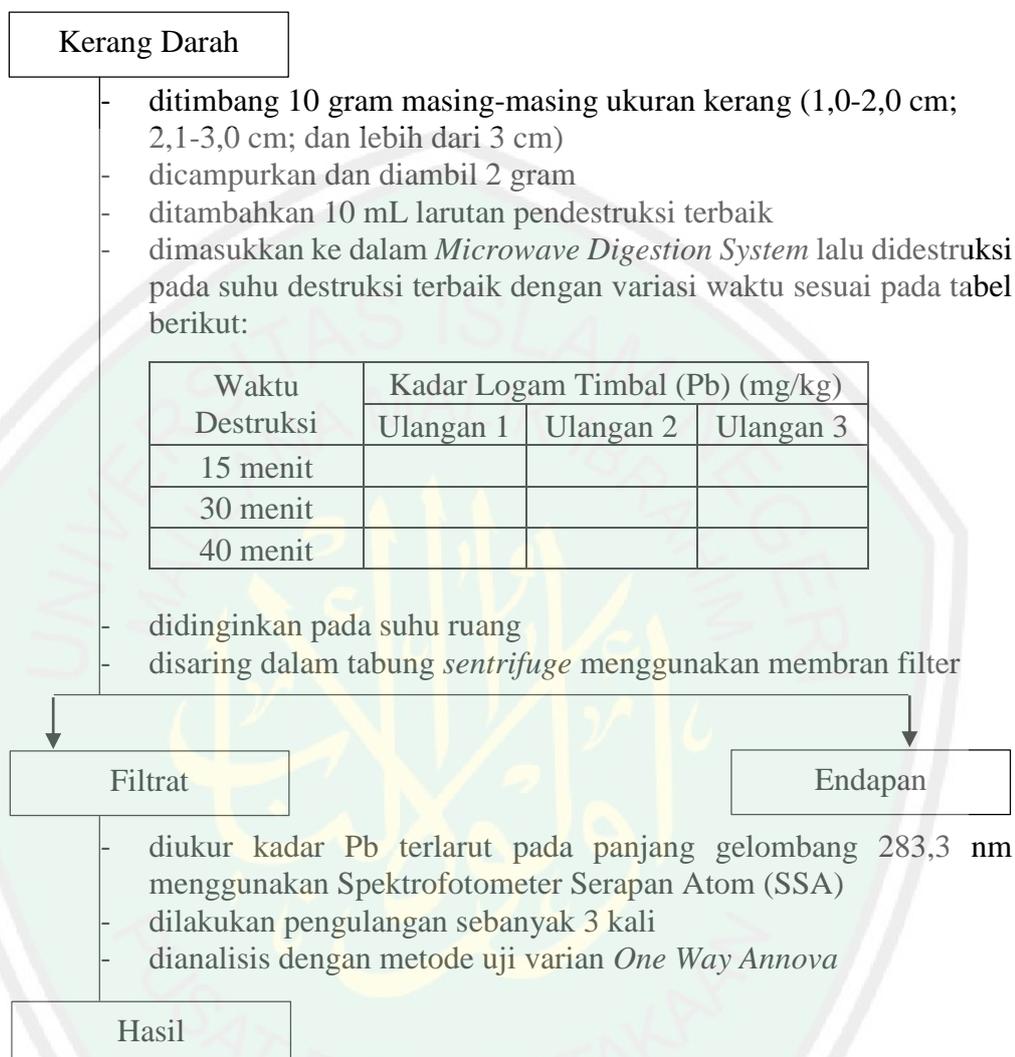
#### 4. Penentuan Jenis Larutan Pendestruksi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)



5. Penentuan Suhu Destruksi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)



## 6. Penentuan Waktu Destruksi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)



## 7. Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Masing-masing Ukuran Sampel Kerang Darah (*Anadara granosa*)

Kerang Darah (ukuran 1,0-2,0 cm; 2,1-2,0 cm; dan < 3 cm)

- ditimbang masing-masing 2 gram
- dimasukkan ke dalam *vessel*
- ditambahkan dengan 10 mL larutan pendestruksi terbaik
- dimasukkan ke dalam *Microwave Digestion System*
- didestruksi pada suhu dan waktu destruksi terbaik dengan variasi ukuran kerang sesuai tabel berikut:

Ukuran Kerang Darah	Kadar Logam Timbal (Pb) (mg/kg)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Ukuran kecil (1,0-2,0 cm)			
Ukuran sedang (2,1-3,0 cm)			
Ukuran besar (lebih dari 3 cm)			

- didinginkan pada suhu ruang lalu
- disaring dalam tabung *sentrifuge* menggunakan membran filter

Filtrat

Endapan

- diukur kadar Pb terlarut pada panjang gelombang 283,3 nm menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
- dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali
- dianalisis dengan metode uji varian *One Way Anova*

Hasil

### Lampiran 3 : Perhitungan

#### 1. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Pembuatan Larutan Stok 1000 mg/L  $\text{Pb}^{2+}$  dalam persenyawaan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

Mr  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 = 331 \text{ g/mol}$

Ar Pb = 207 g/mol

Berat =  $\frac{\text{Mr } \text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \times 1000 \text{ mg}}{\text{Ar Pb}}$

$$= \frac{331 \text{ g/mol} \times 1000 \text{ mg}}{207 \text{ g/mol}}$$

$$= 1599 \text{ mg}$$

$$= 1,599 \text{ g}$$

a. Pembuatan larutan standar 1000 mg/L menjadi 10 mg/L

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

$$1000 \text{ mg/L} \times V_1 = 10 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{100 \text{ mL} \times 10 \text{ mg/L}}{1000 \text{ mg/L}}$$

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

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  $\text{HNO}_3$  0,1 N sampai tanda batas

b. Pembuatan larutan standar 0,2 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,2 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Sehingga larutan standar 0,2 mg/L dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,1 N sampai tanda batas

- c. Pembuatan larutan standar 0,6 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,6 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,6 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Sehingga larutan standar 0,6 mg/L dibuat dengan cara dipipet 3 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 N sampai tanda batas

- d. Pembuatan larutan standar 0,8 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 0,8 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Sehingga larutan standar 0,8 mg/L dibuat dengan cara dipipet 4 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 N sampai tanda batas

- e. Pembuatan larutan standar 1,0 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,0 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Sehingga larutan standar 1,0 mg/L dibuat dengan cara dipipet 5 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 N sampai tanda batas

- f. Pembuatan larutan standar 1,2 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,2 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Sehingga larutan standar 1,2 mg/L dibuat dengan cara dipipet 6 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 N sampai tanda batas

g. Pembuatan larutan standar 1,4 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{50 \text{ mL} \times 1,4 \text{ mg/L}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 7 \text{ mL}$$

Sehingga larutan standar 1,4 mg/L dibuat dengan cara dipipet 7 mL larutan standar 10 mg/L ke dalam labu takar 50 mL, kemudian ditandabatkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 N sampai tanda batas

## 2. Pembuatan HNO<sub>3</sub> 0,1 N

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

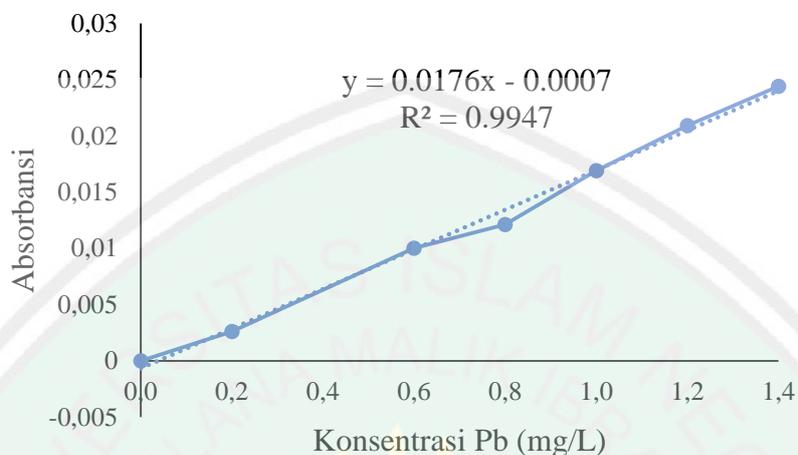
$$V_1 = \frac{0,1 \text{ M} \times 1000 \text{ mL}}{14,3505 \text{ M}}$$

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



## Lampiran 4: Hasil Uji Kurva Standar

### 1. Hasil Uji Linearitas dan Sensitivitas



- Linearitas kurva standar sebesar 0,9947
- Sensitivitas nilai slope (kemiringan sebesar 0,0176)

### 2. Hasil Uji LOD dan LOQ

Sampel	Konsentrasi	y	$\hat{y}$	(y- $\hat{y}$ )	(y- $\hat{y}$ ) <sup>2</sup>
Blangko	0	0	-0.0007	0.0007	0.00000049
Standar 1	0,2	0,0026	0.00282	-0.00022	4.84E-08
Standar 2	0,6	0,01	0.00986	0.00014	1.96E-08
Standar 3	0,8	0,0121	0.01338	-0.00128	1.6384E-06
Standar 4	1,0	0,0169	0.0169	0	0
Standar 5	1,2	0,0209	0.02042	0.00048	2.304E-07
Standar 6	1,4	0,0244	0.02394	0.00046	2.116E-07
Jumlah					2.6384E-06
SD X/Y					0.00072642
LOD					0.12382089
LOQ					0.41273628

$$\begin{aligned}
 \text{a. } SD \ x/y &= \sqrt{\sum(y - \hat{y})^2 : (n - 2)} \\
 &= \sqrt{2.6384E - 06 : (7 - 2)} \\
 &= 0.00072642
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{b. LOD} &= \frac{3 \times \text{SD } x/y}{\text{slope}} \\ &= \frac{3 \times 0,00023776 \text{ mg/L}}{0,0176} \\ &= 0.12382089 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{c. LOQ} &= \frac{10 \times \text{SD } x/y}{\text{slope}} \\ &= \frac{10 \times 0,00023776 \text{ mg/L}}{0,0176} \\ &= 0.41273628 \text{ mg/L} \end{aligned}$$



## Lampiran 5 : Data Hasil Instrumen Larutan Sampel

### 1. Penentuan Kadar Timbal pada Kerang Darah dengan Variasi Larutan Pendestruksi

Tabel 1. Kadar Timbal yang terbaca oleh instrumen

Larutan Pendestruksi	m (kg)	Absorbansi	V (L)	B (SSA) (mg/L)
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)	0,002	0,0047	0,011	0,306818181
	0,002	0,0046	0,011	0,301136363
	0,002	0,0051	0,011	0,329545454
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)	0,002	0,0046	0,011	0,301136363
	0,002	0,0045	0,011	0,295454545
	0,002	0,0044	0,011	0,289772727
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	0,002	0,0037	0,011	0,25
	0,002	0,0038	0,011	0,255681818
	0,002	0,0035	0,011	0,238636363

Tabel 2. Kadar Timbal yang sebenarnya

Larutan Pendestruksi	Kadar yang sebenarnya				Standar deviasi
	Ulangan 1 (mg/kg)	Ulangan 2 (mg/kg)	Ulangan 3 (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)	1.6875	1.65625	1.8125	1.719	0.067507716
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)	1.65625	1.625	1.59375	1.625	0.025515518
HNO <sub>3</sub> : H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	1.375	1.40625	1.3125	1.365	0.038975598

1. HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (1:1)

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,306818181 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,6875 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,301136363 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,65625 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,329545454 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,8125 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

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

## a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,301136363 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,65625 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,295454545 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,625 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,289772727 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,59375 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

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

## a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,25 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,375 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,255681818 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,40625 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,238636363 \text{ mg/L} \times 0,11 \text{ L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,3125 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## 2. Penentuan Kadar Timbal pada Kerang Darah dengan Variasi Suhu Destruksi

Tabel 1. Kadar Timbal yang terbaca oleh instrumen

Suhu Destruksi	m (kg)	Absorbansi	V (L)	B (SSA) (mg/L)
160 °C	0,002	0,0036	0,011	0,244318181
	0,002	0,0031	0,011	0,215909090
	0,002	0,0035	0,011	0,306818181
180 °C	0,002	0,0047	0,011	0,301136363
	0,002	0,0046	0,011	0,329545454
	0,002	0,0051	0,011	0,318181818
200 °C	0,002	0,0054	0,011	0,346590909
	0,002	0,0055	0,011	0,352272727
	0,002	0,0063	0,011	0,397727273

Tabel 2. Kadar Timbal yang sebenarnya

Suhu Destruksi	Kadar yang sebenarnya				Standar deviasi
	Ulangan 1 (mg/kg)	Ulangan 2 (mg/kg)	Ulangan 3 (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	
160 °C	1.34375	1.1875	1.3125	1.28125	0.067507716
180 °C	1.6875	1.65625	1.8125	1.71875	0.067507716
200 °C	1.90625	1.9375	2.1875	2.01042	0.125865062

## 1. Suhu 160 °C

## a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,244318181 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,34375 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## b. Ulangan 2

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,215909090 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 1,1875 \text{ mg/kg}$$

c. Ulangan 3

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,306818181 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 1,3125 \text{ mg/kg}$$

2. Suhu 180 °C

a. Ulangan 1

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,301136363 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 1,6875 \text{ mg/kg}$$

b. Ulangan 2

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,329545454 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 1,65625 \text{ mg/kg}$$

c. Ulangan 3

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,318181818 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 1,8125 \text{ mg/kg}$$

3. Suhu 200 °C

a. Ulangan 1

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,346590909 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 1,90625 \text{ mg/kg}$$

b. Ulangan 2

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,352272727 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 1,9375 \text{ mg/kg}$$

## c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,397727273 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 2,1875 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

### 3. Penentuan Kadar Timbal pada Kerang Darah dengan Variasi Waktu Destruksi

Tabel 1. Kadar Timbal yang terbaca oleh instrumen

Waktu Destruksi	m (kg)	Absorbansi	V (L)	B (SSA) (mg/L)
15 menit	0,002	0,0033	0,011	0,227272727
	0,002	0,0048	0,011	0,3125
	0,002	0,0049	0,011	0,318181818
30 menit	0,002	0,0054	0,011	0,346590909
	0,002	0,0055	0,011	0,352272727
	0,002	0,0063	0,011	0,397727273
40 menit	0,002	0,0052	0,011	0,335227273
	0,002	0,0064	0,011	0,403409091
	0,002	0,0065	0,011	0,409090909

Tabel 2. Kadar Timbal yang sebenarnya

Waktu Destruksi	Kadar yang sebenarnya				Standar deviasi
	Ulangan 1 (mg/kg)	Ulangan 2 (mg/kg)	Ulangan 3 (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	
15 menit	1.25	1.71875	1.75	1.5729167	0.228692692
30 menit	1.90625	1.9375	2.1875	2.0104167	0.125865062
40 menit	1.84375	2.21875	2.25	2.1041667	0.184583804

## 1. Waktu 15 menit

## a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,227272727 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,25 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,3125 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \end{aligned}$$

$$= 1,71875 \text{ mg/kg}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,318181818 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,75 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

2. Waktu 30 menit

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,346590909 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,90625 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,352272727 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,9375 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,397727273 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 2,1875 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

3. Waktu 40 menit

a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,335227273 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,84375 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,403409091 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 2,21875 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,409090909 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 2,25 \text{ mg/kg}$$

#### 4. Penentuan Kadar Timbal pada Kerang Darah dengan Variasi Ukuran Kerang Darah

Tabel 1. Kadar Timbal yang terbaca oleh instrumen

Ukuran Kerang	m (kg)	Absorbansi	V (L)	B (SSA) (mg/L)
1,0-2,0 cm	0,002	0,0011	0,011	0,102272727
	0,002	0,0017	0,011	0,136363636
	0,002	0,0013	0,011	0,113636364
2,1-3,0 cm	0,002	0,0047	0,011	0,306818182
	0,002	0,0047	0,011	0,306818182
	0,002	0,0053	0,011	0,340909091
>3,0 cm	0,002	0,0036	0,011	0,244318182
	0,002	0,0031	0,011	0,215909091
	0,002	0,0027	0,011	0,193181818

Tabel 2. Kadar Timbal yang sebenarnya

Ukuran Kerang	Kadar yang sebenarnya				Standar deviasi
	Ulangan 1 (mg/kg)	Ulangan 2 (mg/kg)	Ulangan 3 (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	
1,0-2,0 cm	0.5625	0.75	0.625	0.6458333	0.077951196
2,1-3,0 cm	1.6875	1.6875	1.875	1.75	0.088388348
>3,0 cm	1.34375	1.1875	1.0625	1.1979167	0.115055844

1. Ukuran 1,0-2,0 cm

a. Ulangan 1

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,102272727 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 0,5625 \text{ mg/kg}$$

b. Ulangan 2

$$\text{Kadar Sebenarnya} = \frac{C \times V}{M}$$

$$= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,136363636 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}}$$

$$= 0,75 \text{ mg/kg}$$

## c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,113636364 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 0,625 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## 2. Ukuran 2,1-3,0 cm

## a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,306818182 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,6875 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,306818182 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,6875 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## c. Ulangan 3

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,340909091 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,875 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## 3. Ukuran &gt;3,0 cm

## a. Ulangan 1

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,244318182 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,34375 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

## b. Ulangan 2

$$\begin{aligned} \text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,215909091 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,1875 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

c. Ulangan 3

$$\begin{aligned}\text{Kadar Sebenarnya} &= \frac{C \times V}{M} \\ &= \frac{0,011 \text{ L} \times 0,193181818 \text{ mg/L}}{0,002 \text{ kg}} \\ &= 1,0625 \text{ mg/kg}\end{aligned}$$



Lampiran 6: Dokumentasi Penelitian



Sampel Kerang Darah



Preparasi sampel



Sampel dihaluskan



Sampel ditimbang



Penambahan larutan pendestruksi



Destruksi dengan *microwave*



Penyaringan larutan



Larutan hasil destruksi



Analisis dengan AAS

Lampiran 7: Analisis Statistik

a. One-way Anova: Konsentrasi Timbal dalam Variasi Larutan Pendestruksi

Descriptives					
Larutan Pendestruksi			Statistic	Std. Error	
Konsentrasi	HNO3+H2O2 (1:1)	Mean	.312467	.0086742	
		95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound	.275145	
			Upper Bound	.349789	
		5% Trimmed Mean	.		
		Median	.306800		
		Variance	.000		
		Std. Deviation	.0150241		
		Minimum	.3011		
		Maximum	.3295		
		Range	.0284		
		Interquartile Range	.		
		Skewness	1.456	1.225	
		Kurtosis	.	.	
		HNO3+H2O2 (2:1)	HNO3+H2O2 (2:1)	Mean	.295467
95% Confidence Interval for Mean	Lower Bound			.281431	
	Upper Bound			.309502	
5% Trimmed Mean	.				
Median	.295500				
Variance	.000				
Std. Deviation	.0056501				
Minimum	.2898				
Maximum	.3011				
Range	.0113				
Interquartile Range	.				
Skewness	-.027			1.225	
Kurtosis	.			.	
HNO3+H2O2 (3:1)	HNO3+H2O2 (3:1)			Mean	.252850
		Lower Bound	.216637		

<b>95% Confidence Interval for Mean</b>	<b>Upper Bound</b>	<b>.289063</b>
<b>5% Trimmed Mean</b>		<b>.</b>
<b>Median</b>		<b>.252850</b>
<b>Variance</b>		<b>.000</b>
<b>Std. Deviation</b>		<b>.0040305</b>
<b>Minimum</b>		<b>.2500</b>
<b>Maximum</b>		<b>.2557</b>
<b>Range</b>		<b>.0057</b>
<b>Interquartile Range</b>		<b>.</b>
<b>Skewness</b>		<b>.</b>
<b>Kurtosis</b>		<b>.</b>

#### Tests of Normality

Larutan Pendestruksi		Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Konsentrasi	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)	.314	3	.	.893	3	.365
	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)	.175	3	.	1.000	3	.990
	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	.260	2	.			

a. Lilliefors Significance Correction

#### Descriptives

Konsentrasi	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)	3	.312467	.0150241	.0086742	.275145	.349789	.3011	.3295
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)	3	.295467	.0056501	.0032621	.281431	.309502	.2898	.3011
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	3	.248100	.0087069	.0050269	.226471	.269729	.2386	.2557
Total	9	.285344	.0302956	.0100985	.262057	.308632	.2386	.3295

#### Test of Homogeneity of Variances

Konsentrasi

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
2.288	2	6	.183

## ANOVA

Konsentrasi					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.007	2	.003	30.029	.001
Within Groups	.001	6	.000		
Total	.007	8			

## Post Hoc Tests

## Multiple Comparisons

Konsentrasi

Tukey HSD

(I) Larutan Pendestruksi	(J) Larutan Pendestruksi	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)	.0170000	.0086082	.199	-.009412	.043412
	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	.0643667*	.0086082	.001	.037954	.090779
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)	-.0170000	.0086082	.199	-.043412	.009412
	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	.0473667*	.0086082	.004	.020954	.073779
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)	-.0643667*	.0086082	.001	-.090779	-.037954
	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)	-.0473667*	.0086082	.004	-.073779	-.020954

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

## Homogeneous Subsets

Konsentrasi

Tukey HSD

Larutan Pendestruksi	N	Subset for alpha = 0.05	
		1	2
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3:1)	3	.248100	
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (2:1)	3		.295467
HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (1:1)	3		.312467
Sig.		1.000	.199

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.



**b. One-way Anova: Konsentrasi Timbal dalam Variasi Suhu Destruksi**

**Descriptives**

Suhu			Statistic	Std. Error
Konsentrasi	160 C	Mean	.255667	.0268490
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	.140145	
		Upper Bound	.371189	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	.244300	
		Variance	.002	
		Std. Deviation	.0465038	
		Minimum	.2159	
		Maximum	.3068	
		Range	.0909	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	1.034	1.225
		Kurtosis	.	.
	180 C	Mean	.316267	.0082552
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	.280748	
		Upper Bound	.351786	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	.318200	
		Variance	.000	
		Std. Deviation	.0142984	
		Minimum	.3011	
		Maximum	.3295	
		Range	.0284	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	-.597	1.225
		Kurtosis	.	.
	200 C	Mean	.349450	.0028500
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	.313237	
		Upper Bound	.385663	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	.349450	
Variance	.000			

Std. Deviation	.0040305
Minimum	.3466
Maximum	.3523
Range	.0057
Interquartile Range	
Skewness	.
Kurtosis	.

#### Tests of Normality

Suhu	Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
	Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Konsentrasi 160 C	.263	3	.	.955	3	.593
180 C	.220	3	.	.986	3	.776
200 C	.260	2	.			

a. Lilliefors Significance Correction

#### Descriptives

Konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
160 C	3	.255667	.0465038	.0268490	.140145	.371189	.2159	.3068
180 C	3	.316267	.0142984	.0082552	.280748	.351786	.3011	.3295
200 C	3	.365533	.0280026	.0161673	.295971	.435096	.3466	.3977
Total	9	.312489	.0553089	.0184363	.269975	.355003	.2159	.3977

#### Test of Homogeneity of Variances

Konsentrasi

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
2.292	2	6	.182

## ANOVA

Konsentrasi					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.018	2	.009	8.649	.017
Within Groups	.006	6	.001		
Total	.024	8			

## Post Hoc Tests

## Multiple Comparisons

Konsentrasi

Tukey HSD

(I) Suhu	(J) Suhu	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
160 C	180 C	-.0606000	.0264625	.133	-.141794	.020594
	200 C	-.1098667*	.0264625	.014	-.191061	-.028672
180 C	160 C	.0606000	.0264625	.133	-.020594	.141794
	200 C	-.0492667	.0264625	.229	-.130461	.031928
200 C	160 C	.1098667*	.0264625	.014	.028672	.191061
	180 C	.0492667	.0264625	.229	-.031928	.130461

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

## Homogeneous Subsets

### Konsentrasi

Tukey HSD

Suhu	N	Subset for alpha = 0.05	
		1	2
160 C	3	.255667	
180 C	3	.316267	.316267
200 C	3		.365533
Sig.		.133	.229

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.



**c. One-way Anova: Konsentrasi Timbal dalam Variasi Waktu Destruksi**

**Descriptives**

Waktu Destruksi			Statistic	Std. Error
Konsentrasi	15 menit	Mean	.286000	.0293961
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	.159519	
		Upper Bound	.412481	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	.312500	
		Variance	.003	
		Std. Deviation	.0509155	
		Minimum	.2273	
		Maximum	.3182	
		Range	.0909	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	-1.708	1.225
		Kurtosis	.	.
	30 menit	Mean	.365533	.0161673
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	.295971	
		Upper Bound	.435096	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	.352300	
		Variance	.001	
		Std. Deviation	.0280026	
		Minimum	.3466	
		Maximum	.3977	
		Range	.0511	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	1.652	1.225
		Kurtosis	.	.
	40 menit	Mean	.369300	.0341000
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	-.063982	
		Upper Bound	.802582	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	.369300	
		Variance	.002	
		Std. Deviation	.0482247	

Minimum	.3352
Maximum	.4034
Range	.0682
Interquartile Range	
Skewness	.
Kurtosis	.

#### Tests of Normality

Waktu Destruksi	Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
	Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Konsentrasi 15 menit	.365	3	.	.797	3	.107
30 menit	.348	3	.	.833	3	.195
40 menit	.260	2	.			

a. Lilliefors Significance Correction

#### Descriptives

Konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
15 menit	3	.286000	.0509155	.0293961	.159519	.412481	.2273	.3182
30 menit	3	.365533	.0280026	.0161673	.295971	.435096	.3466	.3977
40 menit	3	.382567	.0411196	.0237404	.280420	.484713	.3352	.4091
Total	9	.344700	.0570915	.0190305	.300816	.388584	.2273	.4091

#### Test of Homogeneity of Variances

Konsentrasi

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
1.213	2	6	.361

## ANOVA

Konsentrasi					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.016	2	.008	4.719	.059
Within Groups	.010	6	.002		
Total	.026	8			

## Post Hoc Test

## Multiple Comparisons

Konsentrasi

Tukey HSD

(I) Waktu Destruksi	(J) Waktu Destruksi	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
15 menit	30 menit	-.0795333	.0335571	.120	-.182496	.023429
	40 menit	-.0965667	.0335571	.063	-.199529	.006396
30 menit	15 menit	.0795333	.0335571	.120	-.023429	.182496
	40 menit	-.0170333	.0335571	.870	-.119996	.085929
40 menit	15 menit	.0965667	.0335571	.063	-.006396	.199529
	30 menit	.0170333	.0335571	.870	-.085929	.119996

## Homogeneous Subsets

## Konsentrasi

Tukey HSD

Waktu Destruksi	N	Subset for alpha = 0.05
		1
15 menit	3	.286000
30 menit	3	.365533
40 menit	3	.382567
Sig.		.063

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.



**d. One-way Anova: Konsentrasi Timbal dalam Variasi Ukuran Kerang Darah**

			Descriptives	
Ukuran			Statistic	Std. Error
Konsentrasi	1-2cm	Mean	.117433	.0100287
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	.074283	
		Upper Bound	.160583	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	.113600	
		Variance	.000	
		Std. Deviation	.0173702	
		Minimum	.1023	
		Maximum	.1364	
		Range	.0341	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	.945	1.225
		Kurtosis	.	.
	2-3cm	Mean	.318167	.0113667
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	.269260	
		Upper Bound	.367073	
		5% Trimmed Mean	.	
		Median	.306800	
		Variance	.000	
		Std. Deviation	.0196876	
		Minimum	.3068	
		Maximum	.3409	
		Range	.0341	
		Interquartile Range	.	
		Skewness	1.732	1.225
		Kurtosis	.	.
	>3cm	Mean	.217800	.0147819
		95% Confidence Interval for Mean		
		Lower Bound	.154199	
		Upper Bound	.281401	
		5% Trimmed Mean	.	
Median	.215900			

Variance	.001	
Std. Deviation	.0256029	
Minimum	.1932	
Maximum	.2443	
Range	.0511	
Interquartile Range	.	
Skewness	.332	1.225
Kurtosis	.	.

### Tests of Normality

Ukuran	Kolmogorov-Smirnov <sup>a</sup>			Shapiro-Wilk		
	Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
Konsentrasi 1-2cm	.254	3	.	.963	3	.633
2-3cm	.385	3	.	.750	3	.000
>3cm	.196	3	.	.996	3	.877

a. Lilliefors Significance Correction

### Descriptives

Konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
1-2cm	3	.117433	.0173702	.0100287	.074283	.160583	.1023	.1364
2-3cm	3	.318167	.0196876	.0113667	.269260	.367073	.3068	.3409
>3cm	3	.217800	.0256029	.0147819	.154199	.281401	.1932	.2443
Total	9	.217800	.0888330	.0296110	.149517	.286083	.1023	.3409

### Test of Homogeneity of Variances

Konsentrasi

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
.194	2	6	.829

## ANOVA

Konsentrasi					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.060	2	.030	67.414	.000
Within Groups	.003	6	.000		
Total	.063	8			

## Post Hoc Test

## Multiple Comparisons

Konsentrasi

Tukey HSD

(I) Ukuran	(J) Ukuran	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
1-2cm	2-3cm	-.2007333*	.0172874	.000	-.253776	-.147691
	>3cm	-.1003667*	.0172874	.003	-.153409	-.047324
2-3cm	1-2cm	.2007333*	.0172874	.000	.147691	.253776
	>3cm	.1003667*	.0172874	.003	.047324	.153409
>3cm	1-2cm	.1003667*	.0172874	.003	.047324	.153409
	2-3cm	-.1003667*	.0172874	.003	-.153409	-.047324

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

## Homogeneous Subsets

## Konsentrasi

Tukey HSD

Ukuran	N	Subset for alpha = 0.05		
		1	2	3
1-2cm	3	.117433		
>3cm	3		.217800	
2-3cm	3			.318167
Sig.		1.000	1.000	1.000

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

### Lampiran 8 : Penentuan F Tabel Probabilitas 0,05

1. Penentuan derajat bebas (df)

- $df(N1) = k$   
= 1
- $df(N2) = n-k$   
= 9-1  
= 8

Keterangan: n = jumlah data

k = jumlah variabel

2. Penentuan F tabel

Dari data df (N1) dan df (N2), dapat diperoleh F tabel sebesar 5,32.

Nilai F tabel dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 1. Titik Presentasi Distribusi F untuk Probabilitas = 0,05

df untuk penyebut (N2)	df untuk pembilang (N1)														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	161	199	216	225	230	234	237	239	241	242	243	244	245	245	248
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.40	19.41	19.42	19.42	19.43
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.76	8.74	8.73	8.71	8.70
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.94	5.91	5.89	5.87	5.88
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.70	4.68	4.66	4.64	4.62
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.03	4.00	3.98	3.96	3.94
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.60	3.57	3.55	3.53	3.51
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.31	3.28	3.26	3.24	3.22
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.10	3.07	3.05	3.03	3.01
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.94	2.91	2.89	2.86	2.85
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.82	2.79	2.76	2.74	2.72
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.72	2.69	2.66	2.64	2.62
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.63	2.60	2.58	2.55	2.53
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.57	2.53	2.51	2.48	2.46
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.51	2.48	2.45	2.42	2.40
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.46	2.42	2.40	2.37	2.35
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.41	2.38	2.35	2.33	2.31
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.37	2.34	2.31	2.29	2.27
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.34	2.31	2.28	2.26	2.23
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.31	2.28	2.25	2.22	2.20
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.28	2.25	2.22	2.20	2.18
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.26	2.23	2.20	2.17	2.15
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.24	2.20	2.18	2.15	2.13
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.22	2.18	2.15	2.13	2.11
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.20	2.16	2.14	2.11	2.09
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.18	2.15	2.12	2.09	2.07
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.17	2.13	2.10	2.08	2.06
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.15	2.12	2.09	2.06	2.04
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.14	2.10	2.08	2.05	2.03
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.13	2.09	2.06	2.04	2.01

## Lampiran 9 : Penentuan Nilai z Distribusi Normal

Tabel 1. Distribusi Normal Satu Sisi

$u$	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
0.0	0.5000	0.4960	0.4920	0.4880	0.4840	0.4801	0.4761	0.4721	0.4681	0.4641
0.1	0.4602	0.4562	0.4522	0.4483	0.4443	0.4404	0.4365	0.4325	0.4286	0.4247
0.2	0.4207	0.4168	0.4129	0.4090	0.4052	0.4013	0.3974	0.3936	0.3897	0.3859
0.3	0.3821	0.3783	0.3745	0.3707	0.3669	0.3632	0.3594	0.3557	0.3520	0.3483
0.4	0.3446	0.3409	0.3372	0.3336	0.3300	0.3264	0.3228	0.3192	0.3156	0.3121
0.5	0.3085	0.3050	0.3015	0.2981	0.2946	0.2912	0.2877	0.2843	0.2810	0.2776
0.6	0.2743	0.2709	0.2676	0.2643	0.2611	0.2578	0.2546	0.2514	0.2483	0.2451
0.7	0.2420	0.2389	0.2358	0.2327	0.2296	0.2266	0.2236	0.2206	0.2177	0.2148
0.8	0.2119	0.2090	0.2061	0.2033	0.2005	0.1977	0.1949	0.1922	0.1894	0.1867
0.9	0.1841	0.1814	0.1788	0.1762	0.1736	0.1711	0.1685	0.1660	0.1635	0.1611
1.0	0.1587	0.1562	0.1539	0.1515	0.1492	0.1469	0.1446	0.1423	0.1401	0.1379
1.1	0.1357	0.1335	0.1314	0.1292	0.1271	0.1251	0.1230	0.1210	0.1190	0.1170
1.2	0.1151	0.1131	0.1112	0.1093	0.1075	0.1056	0.1038	0.1020	0.1003	0.0985
1.3	0.0968	0.0951	0.0934	0.0918	0.0901	0.0885	0.0869	0.0853	0.0838	0.0823
1.4	0.0808	0.0793	0.0778	0.0764	0.0749	0.0735	0.0721	0.0708	0.0694	0.0681
1.5	0.0668	0.0655	0.0643	0.0630	0.0618	0.0606	0.0594	0.0582	0.0571	0.0559
1.6	0.0548	0.0537	0.0526	0.0516	0.0505	0.0495	0.0485	0.0475	0.0465	0.0455
1.7	0.0446	0.0436	0.0427	0.0418	0.0409	0.0401	0.0392	0.0384	0.0375	0.0367
1.8	0.0359	0.0351	0.0344	0.0336	0.0329	0.0322	0.0314	0.0307	0.0301	0.0294
1.9	0.0287	0.0281	0.0274	0.0268	0.0262	0.0256	0.0250	0.0244	0.0239	0.0233
2.0	0.0228	0.0222	0.0217	0.0212	0.0207	0.0202	0.0197	0.0192	0.0188	0.0183
2.1	0.0179	0.0174	0.0170	0.0166	0.0162	0.0158	0.0154	0.0150	0.0146	0.0143
2.2	0.0139	0.0136	0.0132	0.0129	0.0125	0.0122	0.0119	0.0116	0.0113	0.0110
2.3	0.0107	0.0104	0.0102		0.00964		0.00914		0.00866	
2.4	0.00820		0.00776		0.00734		0.00695		0.00657	
2.5	0.00621		0.00587		0.00554		0.00523		0.00494	
2.6	0.00466		0.00440		0.00415		0.00391		0.00368	
2.7	0.00347		0.00326		0.00307		0.00289		0.00272	
2.8	0.00256		0.00240		0.00226		0.00212		0.00199	
2.9	0.00187		0.00175		0.00164		0.00154		0.00144	
3.0	0.00135									
3.1	0.000968									
3.2	0.000687									

Keterangan: nilai  $u = z$

## Lampiran 10 : Penentuan t-tabel

### 1. Penentuan derajat bebas (df)

$$\begin{aligned} df &= n-1 \\ &= 7-1 \\ &= 6 \end{aligned}$$

Keterangan: n = jumlah data

### 2. Penentuan t-tabel

Dari data df dengan tingkat kepercayaan 99% dan taraf signifikansi  $\alpha = 0,01$ , nilai t yang diperoleh adalah 3,143. Nilai t dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 1. Titik Persentase Distribusi t

df	Pr	0.25	0.10	0.05	0.025	0.01	0.005	0.001
		0.50	0.20	0.10	0.050	0.02	0.010	0.002
1		1.00000	3.07768	6.31375	12.70620	31.82052	63.65674	318.30884
2		0.81650	1.88562	2.91999	4.30265	6.96456	9.92484	22.32712
3		0.76489	1.63774	2.35336	3.18245	4.54070	5.84091	10.21453
4		0.74070	1.53321	2.13185	2.77645	3.74695	4.60409	7.17318
5		0.72669	1.47588	2.01505	2.57058	3.36493	4.03214	5.89343
6		0.71756	1.43976	1.94318	2.44691	3.14267	3.70743	5.20763
7		0.71114	1.41492	1.89458	2.36462	2.99795	3.49948	4.78529
8		0.70639	1.39682	1.85955	2.30600	2.89646	3.35539	4.50079
9		0.70272	1.38303	1.83311	2.26216	2.82144	3.24984	4.29681
10		0.69981	1.37218	1.81246	2.22814	2.76377	3.16927	4.14370
11		0.69745	1.36343	1.79588	2.20099	2.71808	3.10581	4.02470
12		0.69548	1.35622	1.78229	2.17881	2.68100	3.05454	3.92963
13		0.69383	1.35017	1.77093	2.16037	2.65031	3.01228	3.85198
14		0.69242	1.34503	1.76131	2.14479	2.62449	2.97684	3.78739
15		0.69120	1.34061	1.75305	2.13145	2.60248	2.94671	3.73283
16		0.69013	1.33676	1.74588	2.11991	2.58349	2.92078	3.68615
17		0.68920	1.33338	1.73961	2.10982	2.56693	2.89823	3.64577
18		0.68836	1.33039	1.73406	2.10092	2.55238	2.87844	3.61048
19		0.68762	1.32773	1.72913	2.09302	2.53948	2.86093	3.57940
20		0.68695	1.32534	1.72472	2.08596	2.52798	2.84534	3.55181