

PEMANFAATAN PALADIUM SEBAGAI *MATRIX MODIFIER* UNTUK PENGEMBANGAN METODE ANALISIS KADMIUM PADA IKAN MENGGUNAKAN *GRAPHITE FURNACE AAS*

MUFIDAH HASNA KHURIYATI



**PROGRAM STUDI ANALISIS KIMIA
SEKOLAH VOKASI
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2024**

PERNYATAAN MENGENAI LAPORAN PROYEK TUGAS AKHIR DAN SUMBER INFORMASI SERTA PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa laporan proyek tugas akhir dengan judul “Pemanfaatan Paladium sebagai *Matrix Modifier* untuk Pengembangan Metode Analisis Kadmium pada Ikan Menggunakan *Graphite Furnace AAS*” adalah karya saya dengan arahan dari dosen pembimbing dan belum diajukan dalam bentuk apa pun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka di bagian akhir proyek tugas akhir ini.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta dari karya tulis saya kepada Institut Pertanian Bogor.

Bogor, Agustus 2024

Mufidah Hasna Khuriyati
J0312201091

ABSTRAK

MUFIDAH HASNA KHURIYATI. Pemanfaatan Paladium sebagai *Matrix Modifier* untuk Pengembangan Metode Analisis Kadmium pada Ikan Menggunakan *Graphite Furnace AAS*. Dibimbing oleh HENNY PURWANINGSIH dan SOFIAN ANSORI.

Pengujian logam berat dalam daging ikan tidak hanya bergantung pada prosedur yang telah ada, tetapi juga dapat dilakukan modifikasi untuk pengembangan metode. Paladium sangat efektif karena memiliki titik didih yang tinggi, sehingga analit dapat distabilkan pada suhu tinggi. Validasi metode perlu dilakukan untuk membuktikan apakah metode yang digunakan spesifik, akurat, dan dapat dipercaya. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui hasil validasi metode analisis kadmium pada ikan yang meliputi linearitas, presisi, akurasi, LoD dan LoQ serta menentukan nilai estimasi ketidakpastian. Sampel ikan didestruksi dengan 5 mL HNO₃ dan 1 mL H₂O₂ menggunakan program *microwave digestion* dan diukur dengan *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometri* (GF-AAS) pada panjang gelombang 228,8 nm. Nilai koefisien determinasi yang diperoleh ($R^2 \geq 0,99$ dengan % RSD < 15%, dan nilai akurasi berada pada rentang 80–110%. Nilai LoD 0,017 mg/kg dan nilai LoQ 0,028 mg/kg. Nilai estimasi ketidakpastian dalam metode analisis logam kadmium, yaitu $0,106 \pm 0,071 \mu\text{g/g}$.

Kata kunci: destruksi, GF-AAS, logam berat, modifikasi matriks, validasi metode

ABSTRACT

MUFIDAH HASNA KHURIYATI. Utilization of Palladium as a Matrix Modifier for Developing a Method for Analyzing Cadmium in Fish Using Graphite Furnace AAS. Supervised by HENNY PURWANINGSIH and SOFIAN ANSORI.

Testing for heavy metals in fish meat does not only depend on existing procedures, but can also be modified to develop methods. Palladium is very effective because it has a high boiling point, so analytes can be stabilized at high temperatures. Method validation needs to be carried out to prove whether the method used is specific, accurate and reliable. The aim of this research was to determine the results of the validation of the cadmium analysis method in fish which includes linearity, precision, accuracy, LoD and LoQ and determine the estimated uncertainty value. Fish samples were digested with 5 mL HNO₃ and 1 mL H₂O₂ using a microwave digestion program and measured using Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry (GF-AAS) at a wavelength of 228.8 nm. The coefficient of determination value obtained ($R^2 \geq 0.99$ with % RSD < 15%, and the accuracy value was in the range of 80–110%. The LoD value was 0.017 mg/kg and the LoQ value was 0.028 mg/kg. The estimated uncertainty value in the cadmium metal analysis method is $0.106 \pm 0.071 \mu\text{g/g}$.

Keywords: digestion, GF-AAS, heavy metals, matrix modifier, method validation



Judul Laporan Proyek Tugas Akhir : Pemanfaatan Paladium sebagai *Matrix Modifier* untuk Pengembangan Metode Analisis Kadmium pada Ikan Menggunakan *Graphite Furnace AAS*

Nama : Mufidah Hasna Khuriyati

NIM : J0312201091

@Hak cipta milik IPB University

Disetujui oleh:

Pembimbing 1:
Dr. Henny Purwaningsih, S.Si.,M.Si

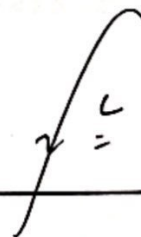


Pembimbing 2:
Sofian Ansori, S.Si.,M.Si



Diketahui oleh:

Ketua Program Studi:
Dr. Farida Laila, S.Si.,M.Si
NIP. 1976110320149092002



Dekan Sekolah Vokasi:
Dr. Ir. Aceng Hidayat, M.T
NIP. 196607171992031003



Tanggal Ujian:
29 Juli 2024

Tanggal Lulus:

PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala karunia-Nya sehingga karya ilmiah ini berhasil diselesaikan. Tema yang dipilih dalam penelitian yang dilaksanakan sejak Januari sampai April 2024 ini adalah validasi metode, dengan judul “Pemanfaatan Paladium sebagai *Matrix Modifier* untuk Pengembangan Metode Analisis Kadmium pada Ikan Menggunakan *Graphite Furnace AAS*”. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Residu Balai Pengujian Kesehatan Ikan dan Lingkungan (BPKIL) Serang yang berlokasi di Jalan Raya Carita, Cinangka, Kabupaten Serang, Banten.

Terima kasih penulis ucapkan kepada para pembimbing Ibu Dr. Henny Purwaningsih, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing dan Bapak Sofian Ansori, S.Si.,M.Si selaku pembimbing lapang yang telah membimbing dan banyak memberi saran. Penghargaan penulis sampaikan kepada Bapak drh. Toha Tusihadi selaku Kepala Balai Pengujian Kesehatan Ikan dan Lingkungan (BPKIL) Serang yang telah memberi izin melakukan penelitian, beserta seluruh penguji, penyelia, dan staf yang telah membantu selama pengumpulan data. Ungkapan terima kasih juga disampaikan kepada kedua orangtua dan seluruh keluarga, serta kerabat yang telah memberikan dukungan, doa, dan kasih sayangnya.

Semoga karya ilmiah ini bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan dan bagi kemajuan ilmu pengetahuan.

Bogor, Agustus 2024

Mufidah Hasna Khuriyati

DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR LAMPIRAN	ix
I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	3
1.4 Manfaat	3
II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Ikan Lele (<i>Clarias</i> sp.)	4
2.2 Kadmium (Cd)	4
2.3 Destruksi Menggunakan <i>Microwave Digestion</i>	5
2.4 Paladium (Pd)	5
2.5 Spektrofotometri Serapan Atom	6
2.6 Validasi Metode	7
2.7 Estimasi Ketidakpastian	9
III METODE	10
3.1 Waktu dan Tempat	10
3.2 Alat dan Bahan	10
3.3 Prosedur Kerja	10
3.4 Analisis Data	15
IV HASIL DAN PEMBAHASAN	16
4.1 Hasil Destruksi Sampel Menggunakan <i>Microwave Digestion</i>	16
4.2 Hasil Uji Efektivitas <i>Matrix Modifier</i>	19
4.3 Hasil Uji Validasi Metode	19
4.4 Hasil Uji <i>t-test: paired two sample for means</i>	22
4.5 Hasil Uji CC_{α} dan CC_{β}	23
4.6 Hasil Uji Estimasi Ketidakpastian	24
V SIMPULAN DAN SARAN	27
5.1 Simpulan	27
5.2 Saran	27
DAFTAR PUSTAKA	28
LAMPIRAN	31



DAFTAR TABEL

2.1	Persyaratan presisi dan akurasi pada setiap konsentrasi (AOAC 2016)	8
2.2	Persyaratan LoD dan LoQ pada setiap konsentrasi (FDA 2019)	9
3.1	Spesifikasi alat <i>graphite furnace</i> untuk pengujian kadmium	13
4.1	Hasil uji efektivitas <i>matrix modifier</i>	19
4.2	Hasil pengukuran presisi dari setiap konsentrasi	21
4.3	Hasil pengukuran akurasi setiap konsentrasi	21
4.4	Hasil penetapan LoD dan LoQ	22
4.5	Hasil pengujian <i>t-test: two paired two sample for means</i>	23
4.6	Hasil pengujian CC_{α} dan CC_{β}	23
4.7	Hasil evaluasi ketidakpastian pengukuran	25
4.8	Hasil unjuk kerja metode penelitian	26

DAFTAR GAMBAR

2.1	Ilustrasi teknik GF-AAS (Isnaeni 2021)	7
3.1	Diagram alir penelitian	11
4.1	Hasil destruksi sampel menggunakan <i>microwave digestion</i>	17
4.2	Hasil kurva kalibrasi kadmium (Cd) untuk pengujian linearitas	20
4.3	Diagram <i>cause and effect</i>	24

DAFTAR LAMPIRAN

1	Perhitungan pembuatan larutan standar kadmium (Cd)	33
2	Perhitungan pembuatan larutan <i>chemical modifier</i>	33
3	Perhitungan pembuatan larutan <i>spiked</i> kadmium (Cd)	33
4	Hasil pengukuran absorbansi untuk pengujian linearitas	34
5	Hasil pengukuran dan perhitungan kadar kadmium	35
6	Hasil perhitungan presisi dan akurasi	39
7	Hasil perhitungan LoD dan LoQ	43
8	Hasil perhitungan uji <i>t-test: two paired two sample for means</i>	45
9	Hasil perhitungan uji CC_{α} dan CC_{β}	45
10	Hasil perhitungan estimasi ketidakpastian	46