

VERIFIKASI DAN EVALUASI PENERAPAN CARA UJI CEMARAN ARSEN DALAM MAKANAN METODE SPEKTROFOTOMETRI BIRU MOLYBDENUM

Verification and Evaluation of the Application Analyze for Arsenic contamination in Food using Molybdenum-blue Spectrophotometric Method

Sri Maryati

Balai Riset dan Standardisasi Industri Surabaya
Jalan Jagir Wonokromo No. 360 Surabaya
e-mail: maryati24brssby@gmail.com

Diterima: 28 Mei 2012, Direvisi: 23 Oktober 2012, Disetujui: 24 Oktober 2012

Abstrak

Telah dilakukan verifikasi dan evaluasi penerapan cara uji cemaran arsen dalam makanan metode spektrofotometri biru molybdenum (SNI 01-4866-1998). Tujuan dilakukan verifikasi dan evaluasi metode ini untuk memastikan bahwa metode ini bisa diterapkan untuk uji cemaran arsen dalam makanan dengan hasil yang valid. Metodologi yang digunakan untuk verifikasi metode uji ini ialah dengan melakukan uji presisi, uji akurasi (% recoveri), uji linearitas, uji batas deteksi dan batas kuantitasi. Hasil uji presisi $CV < CV \text{ repeatability}$ ($0.74 < 6.566$), Uji akurasi (% recoveri) 85%-115%, linearitas $r = 0.997$, batas deteksi (LoD) = 0.0112 mg/l, batas kuantitasi = 0.0339 mg/l menunjukkan metode tersebut dapat diterapkan untuk uji cemaran arsen dalam makanan pada rentang kadar arsen 2.5 mg/kg – 15 mg/kg.

Kata kunci: verifikasi dan evaluasi, uji arsen, spektrofotometri, biru molybdenum

Abstract

Verification and evaluation on the implementation of test methods for arsenic contamination in food molybdenum blue spectrophotometric method (SNI 01-4866-1998) has been conducted. Purpose of verification and evaluation methods to ensure that this method can be applied to test for arsenic contamination in foods with a valid result. The methodology used for the verification of this test method is to test the precision, accuracy test (% recovery), linearity test, test the limits of detection and quantitation limits. The test results of precision $CV < CV \text{ repeatability}$ ($0.74 < 6.566$), Test accuracy (% recovery) 85% -115%, the linearity of $r = 0.997$, limit of detection (LOD) = 0.0112 mg / l, limit of quantitation = 0.0339 mg / l indicates the method of the test can be applied to arsenic contamination in foods in the range of arsenic levels of 2.5 mg / kg - 15 mg / kg.

Keywords: verification and evaluation, arsenic test, spectrophotometric, molybdenum-blue

1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pencemaran logam berat terhadap alam lingkungan merupakan suatu proses yang erat hubungannya dengan penggunaan bahan tersebut oleh manusia. Pencemaran lingkungan oleh logam berat dapat terjadi jika industri yang menggunakan logam tersebut tidak memperhatikan keselamatan lingkungan, terutama saat membuang limbahnya. Logam-logam tertentu dalam konsentrasi tinggi akan sangat berbahaya bila ditemukan di dalam lingkungan (air, tanah, dan udara). Sumber utama kontaminan logam berat sesungguhnya berasal dari udara dan air yang mencemari tanah. Selanjutnya semua tanaman yang tumbuh di atas tanah yang telah tercemar akan

mengakumulasikan logam-logam tersebut pada semua bagian (akar, batang, daun dan buah). Ternak akan memakan logam-logam berat yang ada pada tanaman dan menumpuknya pada bagian-bagian dagingnya. Selanjutnya manusia yang termasuk omnivora (pemakan segalanya), akan tercemar logam tersebut dari empat sumber utama yaitu udara yang dihirup saat bernafas, air minum, tanaman (sayuran dan buah-buahan), serta ternak (berupa daging, telur dan susu). Beberapa contoh logam berat yang beracun bagi manusia adalah: arsen, (As), cadmium (Cd), tembaga (Cu), timbal (Pb), merkuri (Hg), nikel (Ni), dan seng (Zn). Arsen (As) atau sering disebut arsenik adalah suatu zat kimia yang ditemukan sekitar abad 13. Sebagian besar arsen di alam merupakan bentuk senyawa dasar yang berupa substansi anorganik. Arsen anorganik dapat larut dalam air atau berbentuk gas dan terpapar pada manusia. Arsen inorganik

bertanggung jawab terhadap berbagai gangguan kesehatan kronis, terutama kanker. Arsen juga dapat merusak ginjal dan bersifat racun yang sangat kuat., senyawa arsen sangat sulit dideteksi karena tidak memiliki rasa yang khas atau ciri-ciri pemaparan lain yang menonjol. Gejala keracunan senyawa arsen terutama adalah sakit di kerongkongan, sukar menelan, menyusul rasa nyeri lambung dan muntah-muntah (Made Astawan,2008).

Unsur arsen ditemukan sebagai hasil sampingan dari peleburan tembaga, timah, seng dan logam lainnya. Ini dapat mengakibatkan dilepaskannya As ke lingkungan. Sumber utama cemaran As dilingkungan adalah dari pabrik pembuat herhisida dan pestisida yang mengandung arsen. Jumlah As yang dikonsumsi manusia rata-rata per hari 300 µg. hampir semua jumlah ini ditelan bersama makanan dan air. Pada umumnya toksisitas As meningkat dengan urutan sebagai berikut As organik < As⁵⁺ < As³⁺ < arsin (AsH₃) (Sulistia G.Ganiswarna dkk,1995).

Arsen (As) memiliki nomor atom 33, bobot atom 74,92, bobot jenis 5,72 g/cm³, titik leleh 817°C, titik didih 613°C, tekanan uap 0 Pa. Arsen merupakan logam anorganik berwarna abu-abu, dengan kelarutan dalam air sangat rendah. Arsen pada konsentrasi rendah terdapat pada tanah, air, makanan dan udara.

Unsur ini bereaksi dengan halogen, asam pengoksidasi pekat dan alkali panas. Persenyawaan arsen dengan oksigen, klorin dan sulfur disebut arsen anorganik, sedangkan persenyawaan arsen dengan C dan H disebut arsen organik.

Arsen dalam bentuk persenyawaan antara lain:

- Arsen trioksida: berbentuk serbuk putih, As₂O₃. Senyawa ini sangat beracun dan digunakan untuk meracuni hama dan untuk membuat kaca opal dan email.
- Arsina (arsen hidrida) AsH₃, gas ini sangat beracun, mudah terurai pada suhu tinggi (sekitar 260°C-300°C).

- Gas Arsin banyak dipakai dalam perdagangan untuk pembuatan komponen mikroelektronik modern.

- Arsen triklorida berbentuk cair, AsCl₃

Arsen merupakan salah satu elemen yang paling toksik dan merupakan racun akumulatif. Arsen anorganik lebih toksik dibandingkan arsen organik. Manusia terpapar arsen melalui makanan, air, dan udara. Paparan arsen lebih tinggi pada pekerja yang menggunakan arsen, peminum wine, orang yang tinggal dalam rumah yang menggunakan kayu dan orang yang tinggal di lahan pertanian yang menggunakan pestisida mengandung arsen.

Tanaman lebih mudah menyerap arsen, sehingga memungkinkan arsen berada dalam pangan pada konsentrasi tinggi dalam bentuk organik dan anorganik. Arsen anorganik biasanya ditemukan dalam rumput laut dan pangan lain yang berasal dari laut. Ikan dan *seafood* mampu mengakumulasi sejumlah arsen organik yang berasal dari lingkungannya. Kandungan arsen dalam tanaman biasanya ditentukan melalui kandungan arsen dalam tanah, air, udara dan fertilizer. Konsentrasi arsen triorganik lebih dari 60.000 µg/kg dalam makanan atau minuman dapat menyebabkan kematian. Konsentrasi arsen anorganik 300 µg/kg—30.000 µg/kg dalam makanan atau minuman menyebabkan iritasi perut dan usus disertai dengan gejala mual, muntah dan diare. Tertelan arsen menyebabkan penurunan produksi sel darah merah (eritrosit) dan sel darah putih (leukosit). Konsentrasi 0,010 mg/l dalam air minum dapat menyebabkan kerusakan kulit dan system sirkulasi serta dapat meningkatkan risiko kanker (Lampiran A SNI 7387:2009)

Batas maksimum cemaran arsen dalam pangan untuk setiap komoditi tidak selalu sama. Berikut adalah batas maksimum cemaran arsen yang diijinkan atau direkomendasikan dalam pangan (SNI 7387:2009).

Tabel 1 Batas maksimum cemaran arsen (As) dalam pangan

No.	Kategori pangan	Kategori pangan	Batas maksimum
01.0	Produk-produk susu dan analognya, kecuali yang termasuk kategori 02.0	Susu dan hasil olahannya	0,1 mg/kg (dihitung terhadap produk siap konsumsi)
		Es krim	0,5 mg/kg
02.0	Lemak, minyak dan emulsi minyak	Lemak dan minyak nabati, lemak dan minyak hewani, mentega, margarin, minarin	0,1 mg/kg

No. Kategori pangan	Kategori pangan	Batas maksimum
03.0	Es untuk dimakan (edible ice), termasuk sherbet dan sorbet Es lilin	0,5 mg/kg
04.0	Buah dan sayur (termasuk jamur, umbi, kacang termasuk kacang kedelai dan lidah buaya), rumput laut, biji-bijian Acar buah, acar sayuran, selai dan sejenisnya, tomat dan hasil olahannya	1,0 mg/kg
05.0	Kembang gula/permen dan cokelat Coklat bubuk	1,0 mg/kg
06.0	Sereal dan produk sereal yang merupakan produk turunan dari biji sereal, akar dan umbi, kacang dan <i>empelur</i> (bagian dalam batang), tidak termasuk produk bakeri dari kategori 07.0 dan tidak termasuk kacang dari kategori 04.2.1 dan 04.2.2 Tepung dan hasil olahannya	0,5 mg/kg
07.0	Produk bakeri Produk bakeri	0,5 mg/kg
08.0	Daging dan produk daging, termasuk daging unggas dan daging hewan buruan Daging dan hasil olahannya Jeroan <i>Edible gelatin</i>	0,5 mg/kg 1 mg/kg 2,0 mg/kg
09.0	Ikan dan produk perikanan termasuk moluska, krustase dan ekinodermata serta amfibi dan reptil Ikan dan hasil olahannya, kekerangan (bivalve) moluska dan teripang, udang dan krustasea lainnya	1,0 mg/kg
10.0	Telur dan produk-produk telur Telur dan produk-produk telur	0,5 mg/kg
11.0	Pemanis, termasuk madu Gula pasir, glukosa, fruktosa, madu	1,0 mg/kg
12.0	Garam, rempah, sup, saus, salad, produk protein Garam, rempah/bumbu Sup dan kaldu, kecap Saus Ragi	0,1 mg/kg 0,5 mg/kg 1,0 mg/kg 2,0 mg/kg
13.0	Produk pangan untuk keperluan gizi khusus Susu formula bayi, susu formula lanjutan Makanan pendamping ASI (MP-ASI) siap santap, MP-ASI biskuit MP-ASI siap masak, MP-ASI bubuk instan	0,05 mg/kg (dihitung terhadap produk siap konsumsi) 0,1 mg/kg 0,38 mg/kg
14.0	Air minum dalam kemasan Air mineral alami Nektar buah, sari buah, minuman ringan siap minum Sari buah konsentrat, sirup, minuman bubuk Kopi bubuk, teh Minuman beralkohol	0,01 mg/l 0,05 mg/l 0,1 mg/kg 0,5 mg/kg 1,9 mg/kg 0,2 mg/kg

Cemaran arsen merupakan salah satu parameter yang selalu dilakukan pengujian dalam makanan dan minuman. Uji cemaran arsen menggunakan acuan SNI 01-4866-1998 Cara uji cemaran arsen dalam makanan. Ada 3 metode yang diuraikan dalam SNI ini yaitu:

- Metode spektrofotometri – cara I (metode biru molybdenum)
- Metode spektrofotometri – cara II (metode perak dietiltiokarbamat).

c. Metode spektrofotometer serapan atom (AAS)

Prinsip dari metode spektrofotometri – cara I (metode biru molybdenum) adalah contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen, kemudian direaksikan dengan ammonium molibdat, H_2SO_4 , warna yang timbul dibaca dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 845 nm.

Prinsip metode spektrofotometri – cara II (metode perak dietiltiokarbamat) contoh setelah didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen, kemudian direaksikan dengan perak dietiltiokarbamat dan warna yang timbul dibaca dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 522 nm.

Sedang metode spektrofotometer serapan atom, contoh didestruksi menjadi larutan arsen, larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan $NaBH_4$ atau $SnCl_2$ sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan AAS pada panjang gelombang 193,7nm.

1.2 Tujuan Penelitian

Dengan berbagai pertimbangan teknis seperti tersedianya sarana dan prasarana di laboratorium, maka penelitian ini bertujuan untuk memverifikasi dan mengevaluasi penerapan cara uji cemaran arsen dalam makanan cara I (metode spektrofotometri biru molybdenum).

2. TINJAUAN PUSTAKA

Verifikasi merupakan suatu uji kinerja metode standar. Verifikasi sebuah metode bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid (Yoki Edy Saputra, 2009).

Dalam klausul 5.4.2 SNI ISO/IEC 17025:2008 antara lain menyebutkan laboratorium harus memastikan bahwa dapat menggunakan metode standar dengan baik sebelum melakukan pengujian atau kalibrasi

Metode yang telah tersedia dan baku atau standar (misal AOAC, ASTM, dan lainnya) namun metode tersebut baru pertama kali akan digunakan di laboratorium tertentu, biasanya tidak perlu dilakukan validasi, namun hanya verifikasi. Tahapan verifikasi mirip dengan validasi hanya saja parameter yang dilakukan tidak selengkap validasi (Wahyu Riyadi, 2009).

Beberapa prosedur yang dilakukan untuk memverifikasi suatu metode antara lain: Linearitas dan rentang, uji presisi, uji akurasi, dan batas deteksi. Menurut Harmita (2004) yang disebut linearitas dan rentang, uji presisi, uji akurasi dan batas deteksi adalah sebagai berikut:

Linearitas dan rentang adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah

ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan dan linearitas yang dapat diterima.

Presisi atau keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen.

Akurasi atau kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan.

Batas deteksi (LoD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respons signifikan dibandingkan dengan blangko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi (LoQ) merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sample yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

3. METODE PENELITIAN

3.1 Bahan

Air brom setengah jenuh, larutan natrium hipobromit, larutan amm.molibdat as. sulfat 5%, larutan standar arsen 1000 mg/L, larutan standar arsen 10 mg/L larutan hidrozin sulfat 1,5%, larutan kalium iodide 15%, larutan timah klorida encer larutan timbale asetat 10%, logam seng mesh 30.

3.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat alat uji arsen (generator arsen) dan UV vis Spektrofotometer.

3.3 Metode Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan untuk verifikasi cara uji cemaran arsen metode biru molybdenum ini meliputi uji: linearitas dan rentang, uji presisi, uji akurasi, uji batas deteksi dan batas kuantitasi, kemudian mengevaluasi penerapan metode tersebut untuk uji cemaran arsen dalam makanan/ minuman.

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Uji Linearitas

Untuk melakukan verifikasi metode uji ini yang pertama dilakukan adalah pembuatan kurva standar dengan cara mempersiapkan larutan deret standar 0,4; 0,8, 1,2; 2,0 dan 2,4 mg/l arsen yaitu pipet 1,0; 2,0; 3,0 ; 5,0; 6,0 ml larutan standar As 10 mg/l kedalam labu 25 ml. Kemudian ditambahkan 3,0 ml NaOBr dan air hingga 15 ml, selanjutnya ditambahkan 0,5 ml NH₄ molibdat-H₂SO₄ dan 1,0 ml larutan hidrozin sulfat 1,5% (sambil digoyang). Impitkan dan biarkan 75 menit aduk dan baca pada spektrofotometer pada panjang gelombang (λ) 845 nm. Hasilnya sebagai berikut.

Tabel 2 Hasil pembacaan konsentrasi dan absorbansi pada spektrofotometer untuk kurva standar

No	Konsentrasi arsen	Absorbansi
1	0,4 mg/l	0,1422
2	0,8 mg/l	0,2799
3	1,2 mg/l	0,3803
4	2,0 mg/l	0,6423
5	2,4 mg/l	0,8247

Dari Tabel 2 dibuat kurva kalibrasi yang menunjukkan hubungan proporsional antara hasil pengukuran (absorbansi) dengan konsentrasi analit, dimana konsentrasi ditunjukkan oleh sumbu x dan absorbansi ditunjukkan oleh sumbu y. Rumus yang digunakan adalah sebagai berikut:

Persamaan kurva adalah $Y = a + bx$, dimana :

$$b = \frac{n \cdot \sum Xi \cdot Yi - \sum Xi \cdot \sum Yi}{n \cdot \sum Xi^2 - (\sum Xi)^2}$$

$$a = \frac{\sum Yi - b \cdot \sum Xi}{n}$$

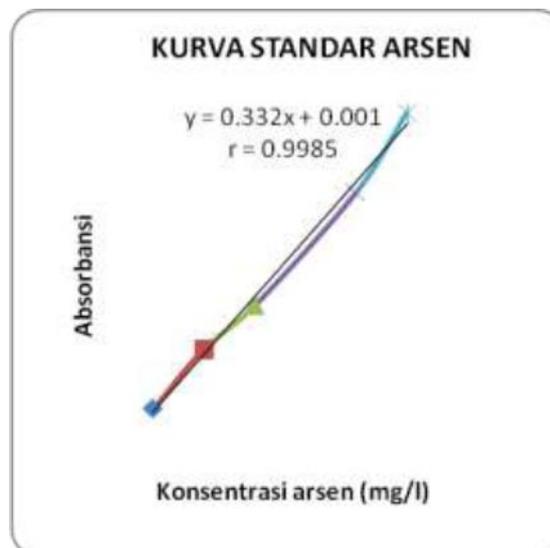
$$Y = a + bX$$

Menghitung koefisien korelasi linier (r) persamaan kurva tersebut diatas untuk mengetahui kekuatan hubungan linier antara variable X dan Y dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$r = \frac{n \cdot \sum Xi \cdot Yi - (\sum Xi) \cdot (\sum Yi)}{\sqrt{[n \cdot \sum Xi^2 - (\sum Xi)^2] [n \cdot \sum Yi^2 - (\sum Yi)^2]}}$$

Hubungan linier antara X dan Y sempurna jika nilai r = +1 atau r = -1, bila r mendekati +1 atau -1, maka hubungan antara kedua variabel

kuat, dan dikatakan terdapat korelasi yang tinggi antara keduanya. Dari Tabel 2 setelah dibuat kurva diperoleh seperti pada Gambar 1, yaitu kurva standar dengan persamaan garis $y = 0,332x + 0,001$ dengan koefisien korelasi (linearitas) $r = 0,9985$.



Gambar 1 Kurva standar arsen 1

4.2 Uji Presisi

Dengan menggunakan kurva standar (Gambar 1), dilakukan pengukuran kadar arsen sampel dan diulang 7 - 10 kali, kemudian dihitung :

Nilai rata-rata dengan rumus sebagai berikut :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n xi$$

Standar deviasi dengan rumus sebagai berikut :

$$Sd = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 [xi - \bar{x}]^2}{7 - 1}}$$

Keterangan:

Sd = standar deviasi

\bar{x} = rata-rata pengujian

xi = pengujian ke -n pengulangan

n = jumlah pengulangan pengujian

CV dengan rumus sebagai berikut :

$$CV = \frac{Sd}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$CV_{Horwitz} = 2 \cdot e^{(1-0.5 \log c)}$$

$$CV \text{ repeatability} = 0,67 \times CV_{Horwitz}$$

Keterangan:

c adalah konsentrasi rata-rata
 Uji presisi diterima jika CV contoh < CV
 repeatability

Tabel 3 Hasil uji presisi

No	Absorbansi	Konsentrasi arsen (mg/L)
1	0,6048	1,8187
2	0,6128	1,8427
3	0,6008	1,8067
4	0,6060	1,8222
5	0,6033	1,8141
6	0,6034	1,8146
7	0,5986	1,8000
8	0,5977	1,7973
9	0,6038	1,8157
Rerata		1,8147
Standar deviasi		0,0134
CV		0,74
CV Horwitz		9,8
CV repeatability		6,566

Uji presisi analisa cemaran arsen diterima karena CV contoh < CV repeatability (0,74 < 6,566).

4.3 Uji Akurasi

Akurasi ini dilakukan pada contoh dengan penambahan standar arsen sebesar 80%, 100% dan 120% dari kadar arsen dalam contoh masing-masing konsentrasi diulang 3 kali kemudian dihitung % recovery dengan rumus sebagai berikut:

$$\%R = \frac{(contoh + standar) - (contoh)}{(standar)} \times 100\%$$

% recovery (%R) diterima bila hasilnya berada (80% - 110%)

Tabel 4 Hasil uji akurasi

No	Contoh + standar (mg/l) *	Contoh (mg/l)	Standar (mg/l)	%R
1	0.7466	0.41	0.32	105.19
	0.7820	0.41	0.32	103.75
	0.7378	0.41	0.32	102.44
2	0.8133	0.41	0.4	100.83
	0.8207	0.41	0.4	100.68

	0.8198	0.41	0.4	102.44
	0.8823	0.41	0.48	98.40
3	0.8876	0.41	0.48	99.50
	0.8914	0.41	0.48	100.29

*) hasil pembacaan pada spektrofotometer

Pada Tabel 4 terlihat bahwa %R berada antara 80%-110%, sehingga metode ini dapat diterima untuk uji cemaran arsen.

4.4 Uji Batas Deteksi (LoD) dan Batas Kuantasi (LOQ)

Untuk menghitung batas deteksi dibuat kurva kalibrasi untuk LoD (kurva LoD) menggunakan 3 konsentrasi yang berbeda yang besarnya dimulai dari konsentrasi terkecil yang masih bisa terdeteksi oleh spektrofotometer dan dua konsentrasi di atasnya, masing-masing diulang 3 kali. Dengan menggunakan kurva LoD ini dihitung konsentrasi terkecil yang masih bisa terdeteksi oleh spektrofotometer, diulang 10 kali kemudian dihitung standar deviasinya, kemudian dihitung LoD dengan rumus :

$$LoD = (k \times Sd) / S1$$

Keterangan:

LoD = Batas deteksi

k = 3 (untuk batas deteksi); 10 (untuk batas kuantitasi)

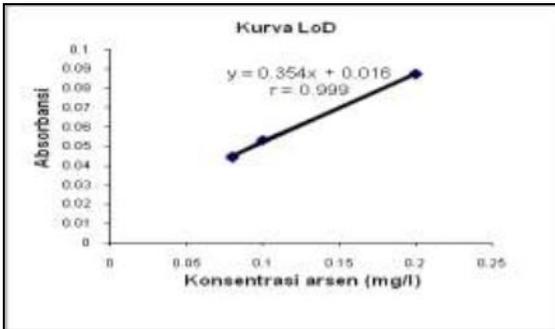
Sd = Standar deviasi respon analitik dari blangko
 S1 = arah garis linear (kepekaan arah) dari kurva antara respon terhadap konsentrasi = slope (b pada persamaan y=a+bx)

Tabel 5 Konsentrasi arsen (mg/L) dan absorbansi untuk kurva LoD

No	Konsentrasi arsen (mg/l)	Absorbansi
1	0.08	0.0442
	0.08	0.0441
	0.08	0.0449
2	0.1	0.0532
	0.1	0.0533
	0.1	0.0532
3	0.2	0.0872
	0.2	0.0877
	0.2	0.0877

Dari Tabel 5 kemudian dibuat kurva seperti pada Gambar 2, diperoleh kurva LoD

dengan persamaan garis $y = 0,354 x + 0,016$ dengan koefisien korelasi (linearitas) $r = 0,9983$.



Gambar 2 Kurva LoD

Dengan menggunakan kurva LoD ini, dihitung konsentrasi terkecil yang masih bisa dideteksi oleh spektrofotometer dan diulang 10 kali, kemudian dihitung standar deviasinya. Hasilnya sebagai berikut:

Tabel 6 Hasil pembacaan konsentrasi dan absorbansi pada spektrofotometer untuk LoD

No	Absorbansi	Konsentrasi arsen (mg/l)
1	0.0450	0.0819
2	0.0449	0.0816
3	0.0448	0.0814
4	0.0438	0.0785
5	0.0445	0.0805
6	0.0440	0.0791
7	0.0442	0.0797
8	0.0439	0.0788
9	0.0444	0.0803
10	0.0444	0.0802
Standar deviasi		0.0012

$$\text{LoD} = (k \times \text{Sd})/S1$$

$$= \frac{3 \times 0,0012}{0,354} = 0,0102 \text{ mg/l}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,0012}{0,354} = 0,0339 \text{ mg/l}$$

4.5 Evaluasi Penerapan Cara Uji Cemarannya Arsen Dalam Makanan Metode Spektrofotometri Biru Molybdenum (SNI 01-4866-1998)

Adapun langkah kerja uji cemaran arsen dalam makanan metode spektrofotometri biru molybdenum adalah sebagai berikut:

1. Dalam persiapan contoh dilakukan penimbangan 10 g contoh kemudian

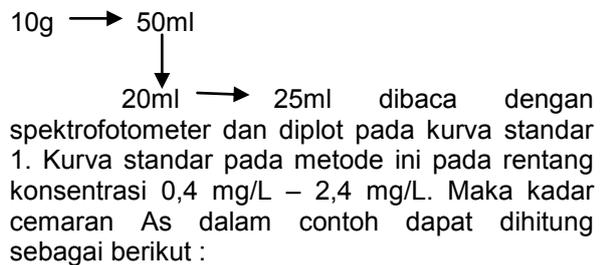
dilakukan pengabuan kering/pengabuan basah dengan menambahkan reagen-reagen sesuai dalam SNI 01-4866-1998, kemudian dimasukkan dalam labu 50 ml dan diimpitkan dengan aquadest sampai tanda tera, maka akan diperoleh larutan destruksi.

2. Selanjutnya diambil 20 ml larutan destruksi tersebut, dan ditambah reagen-reagen sesuai cara kerja pada SNI 01-4866-1998 dan dimasukkan pada labu 25 ml kemudian diimpitkan dengan aquadest sampai tanda garis, selanjutnya dibaca dengan spektrofotometer pada panjang gelombang $\lambda = 845 \text{ nm}$. Plot antara absorbansi terhadap konsentrasi.
3. Hitung kandungan arsen dari contoh dengan pembandingan kurva standar.

Perhitungan

$$\text{As (mg/kg)} = \frac{\text{mg As (dari k.std)}}{\text{g contoh}} \times \text{pengenceran}$$

Dari butir 1 dan 2 diperoleh diagram sebagai berikut :



Untuk konsentrasi 0,4 mg/L

$$= \frac{25 \text{ ml}}{1000 \text{ ml}} \times 0,4 \text{ mg} \times \frac{50 \text{ ml}}{20 \text{ ml}} \times \frac{1000 \text{ g}}{10 \text{ g}}$$

$$= 2,5 \text{ mg/kg}$$

Untuk konsentrasi contoh 2,4 mg/L

$$= \frac{25 \text{ ml}}{1000 \text{ ml}} \times 2,4 \text{ mg} \times \frac{50 \text{ ml}}{20 \text{ ml}} \times \frac{1000 \text{ g}}{10 \text{ g}}$$

$$= 15 \text{ mg/kg}$$

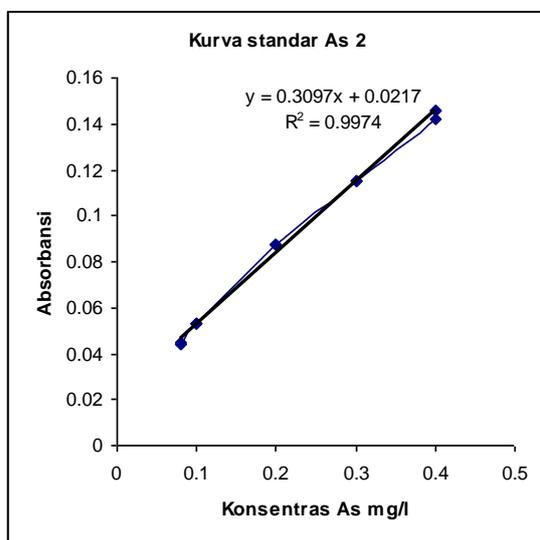
Jadi metode ini digunakan untuk analisa cemaran As pada contoh yang mengandung cemaran arsen pada konsentrasi antara 2,5 mg/kg -15 mg/kg.

Pada Tabel 1 batas maksimum cemaran arsen yang terendah adalah 0,01 mg/L untuk AMDK dan yang tertinggi adalah pada ragi dan *edible gelatin* yaitu 2 mg/kg, berarti untuk contoh-contoh seperti yang tercantum pada

Tabel 1 tidak bisa menggunakan metode ini dengan kurva standar pada rentang kadar 0,4mg/L - 2,4 mg/L atau 2,5 mg/kg - 15 mg/kg. Untuk mengukur kadar arsen < 0,4 mg/L maka perlu dibuat kurva standar As 2 yang bergerak antara limit deteksi alat sampai kadar ≤0,4 mg/L. Tabel 7 Konsentrasi dan absorbansi untuk kurva standar AS 2

No	Konsentrasi As mg/l	Absorbansi
1	0.08	0.0442
2	0.08	0.0441
3	0.08	0.0449
4	0.1	0.0532
5	0.1	0.0533
6	0.1	0.0532
7	0.2	0.0872
8	0.2	0.0877
9	0.3	0.1149
10	0.3	0.115
11	0.3	0.1148
12	0.4	0.1422

Dari Tabel 7, kemudian dibuat kurva standar AS 2 seperti terlihat pada Gambar 3 diperoleh kurva dengan persamaan $y = 0,3097x + 0,0217$ dengan linearitas $R^2 = 0,9974$.



Gambar 3 Kurva standar As 2

Kurva standar As 2 ini untuk menguji contoh yang mengandung cemaran arsen antara 0,0339 mg/L - 0.4mg/L atau 0,2119 mg/kg – 2,5 mg/kg misalnya es krim, es lilin, buah dan sayur, coklat bubuk sereal dan produk sereal, daging dan hasil olahannya (lihat tabel 1). Untuk menggunakan kurva ini perlu juga dilakukan verifikasi yaitu uji presisi dan uji akurasi.

5. KESIMPULAN

Dari hasil dan pembahasan dapat disimpulkan bahwa hasil verifikasi metode uji cemaran arsen secara spektrofotometri biru molybdenum diperoleh kurva standar dengan persamaan $y = 0,3324x + 0,0019$ dengan linearitas $R^2 = 0,994$, uji presisi $CV < CV \text{ repeatability}$, uji akurasi 85% - 115%, LoD 0,0102 mg/L (0,0638 mg/kg), LoQ 0,0339 mg/L (0,2119 mg/kg), cara uji cemaran arsen dalam makanan SNI 01-4866-1998 metode spektrofotometri biru molybdenum setelah dilakukan verifikasi dapat digunakan untuk uji cemaran arsen dalam makanan untuk kadar cemaran arsen dalam contoh 2,5 mg/kg – 15 mg/kg, untuk uji cemaran arsen dengan kadar < 2,5 mg/kg perlu dibuat kurva standar arsen 2 yang dapat untuk menguji contoh yang mengandung cemaran arsen antara 0,0339 mg/l – 0,4 mg/l atau 0,2119 mg/kg – 2,5 mg/kg.

Disarankan sebelum menggunakan kurva standar arsen 2 perlu dilakukan verifikasi yaitu uji presisi dan uji akurasi.

DAFTAR PUSTAKA

Badan Standardisasi Nasional, (1998). *SNI 01-4866-1998: Cara uji Cemaran Arsen dalam Makanan*.

-----, (2008), *SNI ISO/IEC 17025 :2008 Persyaratan umum kompetensi Lboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi*.

----- (2009). *SNI 7387:2009: Batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan*

Eurachem Working Group (1998). *The Fitness for Purpose of Analytical Methods*. LGC (Teddington) Ltd

Firdaus Achmad, dkk. (2010). *Penerapan grafik x dan grafik R sebagai grafik kendali dalam pengujian kualitas air*. Jurnal standardisasi vol.2 no.1.

Harminta. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian, vol 1, No3, Desember.

Made Astawan. (2008). *Bahaya Logam Berat Dalam Makanan*. <http://www.kompas.com/read/xml/2008/09/21/11254074>

Sulistia G.Ganiswarna dkk,1995. *Farmakologi dan Terapi*, edisi 4. Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia, Jakarta

Wahyu Riyadi. (2009). *Validasi Metode Analisis*.
www.chem-is-try.org/

Yoky Edi Saputra.(2009). *Verifikasi dan Validasi
Metoda di Laboratorium*. [http://www.chem-
is-
try.org/artikel_kimia/kimia_analisis/verifika
si-dan-validasi-metoda-di-laboratorium/](http://www.chem-is-try.org/artikel_kimia/kimia_analisis/verifikasi-dan-validasi-metoda-di-laboratorium/)