PENGKAJIAN METODE UNTUK ANALISIS TOTAL LOGAM BERAT DALAM DAGING IKAN MENGGUNAKAN METODE ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALITICAL CHEMIST (AOAC) MODIFIKASI

METHOD ASSESSMENT FOR HEAVY METAL ANALYSIS IN FISH MEAT USING ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALITICAL CHEMIST (AOAC) METHOD MODIFICATION

Siti Masitoh¹, Jenia Mustika², Arum Prajanti¹ dan Nurhasni²

(Diterima tanggal 29-09-2013; Disetujui tanggal 02-01-2014)

ABSTRAK

Pengujian logam berat dalam material (daging ikan) tidak hanya tergantung pada prosedur yang telah ada tapi juga dapat dilakukan modifikasi untuk pengembangan, supaya dapat diketahui dan dipilih metode analisis yang paling cocok. Oleh karenanya, dalam penelitian ini dilakukan kajian metode *Association of Official Analytical Chemist* (AOAC) modifikasi internasional 2005: 999.10, dengan menggunakan *Flame Atomic Absorption Spectrophotometry* (FAAS) dan *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy* (GFAAS). Pengkajian terhadap metode standar yang dimodifikasi perlu dilakukan oleh laboratorium untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode tersebut sesuai dengan penggunaannya. Contoh uji yang digunakan dalam penelitian ini adalah daging ikan dan *Certified reference material* (CRM) DORM-4 Fish Protein Certified Reference dari Kanada. Sebanyak 0,5 gram contoh uji dan CRM ditimbang kemudian ditambahkan dengan asam HNO₃ dan selanjutnya didestruksi menggunakan *microwave digestion*. Larutan hasil destruksi kemudian diukur konsentrasi logam total tembaga (Cu), seng (Zn), besi (Fe), kadmium (Cd) dan timbal (Pb) dengan menggunakan FAAS dan GFAAS. Parameter dalam kajian metode ini meliputi linearitas, limit deteksi, akurasi dan presisi. Hasil penelitian menunjukkan penggunaan metode AOAC modifikasi dengan penambahan HNO₃ untuk analisis logam berat telah memenuhi semua persyaratan keberterimaan suatu metode untuk digunakan dalam analisis di laboratorium.

Kata kunci: HNO₃, logam berat, *microwave digestion*, kajian metode, CRM

ABSTRACT

Testing of heavy metals in fish meat is not only dependent on the existing procedures but also can be modified for the development, so that it can be seen and selected the most suitable analysis. Therefore, in this study will prove the method validation Association of Official Analytical Chemist (AOAC) International modification 2005: 999.10, using Flame Atomic Absorption Spectrophotometer (FAAS) and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy (GFAAS). This modification needs to be done that requires validation of the method. While the validation of the modified standard method needs to be done by the laboratory is to affirm and confirm that the method is suitable for use. Sample used in this study are fish meat and Certified reference material (CRM) DORM - 3 Fish Protein Certified Reference of Canada. A total of 0.5 grams of sample was weighed and then added to the CRM HNO₃ acid and subsequent destructed using microwave digestion. Destruction resulting solution is then measured metal concentrations using FAAS and GFAAS. Validation methods performed on the total measurement results metals copper (Cu), zinc (Zn), iron (Fe), cadmium (Cd) and lead (Pb) includes linearity, limit of detection, accuracy and precision. The results showed the use of a modified AOAC method with the addition of HNO₃ for heavy metal analysis has met all the requirements of the acceptability of a method to be used in the analysis in the laboratory.

Keywords: heavy metal, HNO₃, method validation, microwave digestion, CRM

¹ Pusarpedal-KLH, Kawasan Puspipstek Gedung 210 Jalan raya Puspipstek-Banten. Email: kiyi_06@yahoo.com.

² Fakultas sains dan teknologi Program studi kimia, Universitas Syarif Hidayatullah, Jl. Ir. H. Juanda No. 95 Ciputat-Jakarta.

PENDAHULUAN

Logam berat seng (Zn), tembaga (Cu), besi (Fe), kadmium (Cd) dan timbal (Pb) adalah unsur-unsur logam berat yang secara alami ada di alam dan dapat bersifat racun bagi sel dalam dosis tertentu. Elemen yang mengandung logam berat dalam jumlah sedikit biasanya ditemukan pada produk laut seperti ikan laut yang biasanya beracun atau toksik [1]. Logam berat yang masuk ke dalam lingkungan perairan akan mengalami pengendapan, pengenceran dan dispersi, kemudian diserap oleh organisme yang hidup di perairan tersebut. Sebagian larut dalam air, sebagian tenggelam ke dasar dan terkonsentrasi ke sedimen, dan sebagian masuk ke dalam jaringan tubuh organisme laut termasuk fitoplankton, ikan, udang, cumi-cumi, kerang, rumput laut dan lain-lain [2].

Pengkajian metode yang dilakukan bertujuan untuk menjamin bahwa metode analisis akurat, spesifik, reproduibel, dan tahan pada kisaran analit yang akan dianalisis. Parameter yang diukur adalah ketepatan (akurasi), presisi, reprodusibilitas, linieritas, *Limit of Detection (LOD)*, serta *Limit of Quantitation (LOQ)* [3]. Penelitian ini merupakan pengkajian metode *Association of Official Analytical Chemist (AOAC)* modifikasi internasional 2005: 999.10 untuk pengujian logam berat total dalam ikan dengan menggunakan FAAS dan GFAAS. Pengkajian terhadap metode standar yang dimodifikasi perlu dilakukan oleh laboratorium adalah untuk menegaskan dan mengkonfirmasi bahwa metode tersebut sesuai dengan penggunaannya.[4]...

Penggunaan metode yang valid, akan dapat mengetahui tingkat akurasi dan presisi

dari suatu data hasil pengujian. Beberapa parameter validasi diantaranya: Linearitas, yaitu kemampuan dari suatu metode uji untuk menghasilkan hasil yang proporsional terhadap kepekatan analit dari contoh dalam jangkauan tertentu. Linearitas suatu metode diperoleh dengan memplot hasil uji terhadap kepekatan analit, biasanya ditetapkan dengan perhitungan garis regresi dengan metode kuadrat terkecil dari hasil uji terhadap kepekatan analit. Slope dari garis regresi terhadap variabel analisis menghasilkan persamaan matematik dan linearitas.

Pengukuran linearitas dilakukan beberapa range konsentrasi dari terendah sampai tertinggi pada batas LoQ metodedan LoL perkiraan, kemudian dihitung *slope*, *intercept*, *correlation determination (R)*, dan *correlation coefficient (r)*.

Untuk menentukan LoQ dan LoL eksperimen dilakukan pengukuran pada konsentrasi terendah yang dapat terukur dan konsentrasi tertinggi, dilakukan pengulangan 10x kemudian dihitung nilai rata-rata dan SD. Kemudian dilakukan perbandingan antara SD dari konsentrasi terendah dan SD dari konsentrasi tertinggi, setelah itu dihitung menggunakan uji F dengan rumus sebagai berikut:

$$F_{hitung} = \frac{SD_1^2}{SD_2^2} \dots\dots\dots (1)$$

Derajat kebebasan, $df = n - 1$ dan tingkat kepercayaan 99%, $\alpha = 0.01$ maka

$$F_{tabel} = F(0,01; 9; 9)$$

Batas keberterimaan: $F_{hitung} < F_{tabel} \dots\dots\dots (2)$

Penentuan batas deteksi metode (*method detection level*/MDL) merupakan kemampuan sekaligus keterbatasan laboratorium dalam menerapkan suatu metode pengujian tertentu pada kadar rendah metode tersebut. Penentuan batas deteksi bertujuan untuk menghindari penulisan laporan hasil pengujian tidak terdeteksi (*not detectable*, ND) yang merupakan informasi tidak informatif dan untuk mengevaluasi kemampuan metode dalam mengkuantitasi analit.

MDL adalah kadar analit yang ditentukan sesuai tahapan metode pengujian secara menyeluruh sehingga menghasilkan signal dengan probabilitas 99% bahwa signal tersebut berbeda dengan blanko. Nilai MDL dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$MDL = t(0.01; n-1) \text{ sd} \dots\dots\dots(3)$$

Keterangan:

$t(0.01; n-1)$ = tabel t dengan tingkat kepercayaan 99% dan tingkat kebebasan $n-1$

sd = standar deviasi

Minimum pengujian dalam penentuan MDL adalah 7 kali pengulangan sampel sesuai metode uji yang biasa digunakan laboratorium yaitu dengan menggunakan SRM atau menambahkan spike pada sampel. Batas kuantifikasi (LoQ atau MQL) merupakan kadar analit yang menghasilkan signal lebih besar dari blanko pada kondisi kegiatan rutin laboratorium. LoQ ditentukan sesuai persamaan:

$$LoQ = 3,18 \text{ MDL} = 3,18(3,143 \text{ sd}) = 10 \text{ sd} \dots\dots\dots(4)$$

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

analit yang ditambahkan. Uji perolehan kembali (*recovery test*, %R) yang merupakan perbandingan nilai terukur dengan nilai target yang diperoleh dari hasil pengujian harus memenuhi batasan keberterimaan yang disyaratkan tidak boleh melebihi Tabel 1. Secara matematika %R dapat dirumuskan sebagai berikut.

$$\%R = \frac{\text{Nilai terukur}}{\text{Nilai target}} \times 100\% \dots\dots\dots(5)$$

Tabel 1: Penentuan batasan awal %R

Kadar (unit)	Batasan maksimum %R
100%	98 - 101
10%	95 - 102
1%	92 - 105
0,10%	90 - 108
0,01% (100 ppm)	85 - 110
10 ppm	80 - 115
1 ppm	75 - 120
10 ppb	70 - 125

Sumber : AOAC Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals

Presisi adalah kesesuaian antara hasil uji pada serangkaian pengujian atau kedekatan beberapa nilai pengukuran dari sampel yang homogen pada kondisi normal (sampel yang sama dan di uji secara berurutan). Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi).

$$\% \text{ RSD} = \frac{\text{sd}}{\bar{x}} \cdot 100\% \dots\dots\dots(6)$$

Repitibilitas adalah nilai perbedaan absolut maksimum antara dua hasil analisis yang diperoleh dengan metode, contoh uji dan kondisi yang sama (identik). Tujuan untuk mengetahui konsistensi analisis sesuai dengan pengalaman, untuk mengetahui tingkat kesulitan dan untuk

Tabel 2 : Hasil Perhitungan %RSD berdasarkan persamaan Horwitz

Analit (100%)	Rasio Analit	Unit	Batasan maksimum %RSD = $0,67 \times 2^{1-0,5 \log C}$
100	1	100%	1,34
10	10^{-1}	10%	1,89
1	10^{-2}	1%	2,68
0,1	10^{-3}	0,10%	3,79
0,01	10^{-4}	100 ppm	5,36
0,001	10^{-5}	10 ppm	7,58
0,0001	10^{-6}	1 ppm	10,72
0,00001	10^{-7}	100 ppb	15,16
0,000001	10^{-8}	10 ppb	21,44
0,0000001	10^{-9}	1 ppb	30,32

Sumber : *Guidelines for validation of analytical methods for non-agricultural pesticide active ingredients and product*

mendapatkan kesesuaian metode dan contoh uji. Nilai % RSD yang diperoleh dari hasil pengulangan pengujian tidak diperkenankan melebihi batasan presisi yang dirumuskan oleh persamaan modifikasi Dr. William Horwitz, yaitu:

$$\text{Horwitz \% CV} = 0,5 \times 2^{(1-0,5 \log C)} \dots\dots\dots(7)$$

$$\% \text{ RSD} = \frac{sd}{\bar{x}} \cdot 100\% \leq 0,5 \times 2^{(1-0,5 \log C)} \dots\dots\dots(8)$$

Reprodusibilitas adalah nilai perbedaan absolut maksimum antara dua hasil analisis yang dihasilkan oleh laboratorium berbeda dengan contoh uji standar yang sama. Tujuan reprodusibilitas adalah untuk mengetahui kinerja atau kehandalan laboratorium, untuk mengetahui identifikasi metode (aplikasi) dan untuk meningkatkan mutu laboratorium.

Nilai % RSD yang diperoleh harus memenuhi batasan keberterimaan yang disyaratkan yaitu tidak boleh melebihi $0,67 \times 2^{(1-0,5 \log C)}$

Secara matematika dapat dirumuskan sebagai berikut : [5].

$$\% \text{ RSD} = \frac{sd}{\bar{x}} \cdot 100\% < 0,67 \times 2^{(1-0,5 \log C)} \dots\dots\dots(9)$$

METODOLOGI

Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu penelitian dilakukan selama 6 (enam) bulan terhitung sejak Maret sampai dengan Agustus 2012.

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven mikrowave MARS 5, oven, wadah teflon (*vessel*), labu ukur 25 ml, labu ukur 100 ml, test tube 50 ml, cawan porselen, botol plastik polystyrene, homogeniser (sentrifuse), timbangan analitik, AAS Hitachi Z – 2300, GFAAS Hitachi Z – 2700, dan peralatan gelas lainnya.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan yang sudah dihomogenisasi, larutan standar logam Cu, Zn, Fe, Cd dan Pb, HNO₃ 65%, CRM Dorm-3, SRM ERA P204-500, SRM NIST dan aquades.

Prosedur Kerja

Penetapan Kadar Air

Ditimbang bobot kosong cawan porselen kemudian CRM dorm-3 yang telah dihomogenisasi diambil sebanyak 1 gram kedalam cawan porselen dengan menggunakan timbangan analitik dan dikeringkan dalam oven kering pada suhu 105°C selama 2 jam sampai berat konstan.

$$\% \text{ Kadar Air} = \frac{W_f - W_d}{W_f} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

Keterangan:

W_f = Berat sampel sebelum Pengeringan (gram)

W_d = Berat sampel setelah Pengeringan (gram)

Proses Destruksi

1. Ditimbang contoh uji (sampel dan SRM Dorm-3) 0,500 g, dimasukkan ke dalam vessel.
2. Ditambahkan 5 ml HNO₃ pekat (untuk metode AOAC), diamkan selama 15 menit.
3. Jika terjadi reaksi yang kuat, sampel harus di pra-destruksi, dibiarkan Vessel dalam keadaan terbuka agar memudahkan gas keluar dan jika perlu

dilakukan pemanasan. Sebaliknya, jika tidak terjadi reaksi yang kuat dilanjutkan ke langkah selanjutnya.

4. Vessel ditutup, kemudian ditempatkan ke dalam *microwave*.
5. Diatur program penggunaannya berdasarkan parameter yang tercantum dalam petunjuk.
6. Vessel dibiarkan mendingin selama sedikitnya 5 menit sebelum dikeluarkan dari *microwave*.
7. Kemudian didinginkan sampai mencapai suhu ruang.
8. Dibilas tutup vessel dan dindingnya
9. Dipindahkan ke dalam labu 25 ml dan diencerkan sampai tanda batas dengan aquades.
10. Dipindahkan lagi kedalam botol test tube untuk dilakukan sentrifus
11. Contoh uji yang telah dilakukan sentrifuse ditentukan konsentrasinya masing-masing logam Cu, Zn, Fe dengan FAAS dan Cd dan Pb dengan GFAAS
12. Panjang gelombang Zn 213,9 nm, Cu 324,7 nm, Fe 248,3 nm, Cd 228,8 nm dan Pb 283,3 nm. Perhitungan konsentrasi logam berat dalam sampel berdasarkan rumus:

$$C = \frac{(A-B) df \times 25 ml}{gr} \quad \dots\dots\dots(11)$$

Keterangan:

C = Konsentrasi logam dalam sampel (mg/kg)

A = Konsentrasi logam dalam larutan uji (mg/L)

B = Rata-rata konsentrasi logam dalam larutan blangko

df = Faktor pengenceran

gr = Berat sampel yang dianalisis (gram)

Kadar Air

Penentuan kadar air pada penelitian ini adalah untuk mengetahui berat kering CRM, karena nilai berat kering digunakan untuk menentukan nilai konsentrasi CRM pada matriks padat yang dikonversi dari nilai konsentrasi hasil pengukuran yang berupa larutan. Data hasil penentuan kadar air CRM dapat dilihat pada Tabel 4.

Hasil pengukuran logam berat pada contoh uji CRM, dan daging ikan menggunakan metode *microwave digestion* dapat dilihat pada Tabel 5. Konsentrasi masing-masing logam Cu, Zn, Fe dan Cd menggunakan CRM dorm-3 sedangkan untuk logam Pb menggunakan sampel daging ikan, karena CRM yang terukur akurasinya kurang bagus, sehingga menggunakan spiking. Untuk menghitung

Tabel 4. Data hasil penentuan kadar air CRM.

Pengulangan CRM	Berat Basah Awal (gram)			Berat Kering (gram)		CRM _{Kering}	%Kadar Air
	Cawan	CRM _{Basah}	Cawan + CRM _{Basah}	I	II		
1	21,3603	1,0000	22,3603	22,3446	22,3440	0,9841	1,60
2	17,0332	1,0003	18,0335	18,0156	18,0150	0,9821	1,82
3	17,9383	1,0007	18,9390	18,9222	18,9220	0,9838	1,69
Rerata						0,98333	1,703

Tabel 5. Konsentrasi Logam Berat dalam CRM Dorm-3

Pengulangan	Cu (mg/kg)	Zn (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Cd (mg/kg)	*Pb (mg/kg)
1	15,33	53,39	352,7	0,25	2,19
2	15,09	52,13	324,7	0,34	2,40
3	15,34	51,81	332,2	0,32	2,44
4	15,85	53,41	329,2	0,35	2,36
5	16,25	52,09	321,5	0,34	2,18
6	16,12	53,51	334,4	0,30	2,15
7	16,35	51,99	331,6	0,27	2,58
Rata-rata	15,76	52,62	332,3	0,31	2,33
Nilai CRM	15,5	51,3	347	0,29	2,45

Catatan : * contoh uji menggunakan daging ikan

Tabel 6. Linearitas Kurva Kalibrasi

Parameter	Cu	Zn	Fe	Cd	Pb	Syarat Keberterimaan
a. Slope	0,0229	0,2236	0,0338	46,6859	3,0416	
b. Intercept	-0,0009	0,0166	-0,0108	0,001	0,02	
c. Correlation determination (R)	0,9992	0,9987	0,9953	0,9949	0,9977	- $r \geq 0,995$
d. Correlation coefficient (r)	0,9996	0,9993	0,9977	0,9974	0,9989	- $F_{hitung} < F_{tabel}$
e. F_{hitung}	3,00E-06	8,90E-02	2,00E-03	5,00E-02	4,40E-01	- $F_{tabel} = 5,35113$
Kesimpulan	Diterima	Diterima	Diterima	Diterima	Diterima	

konsentrasi logam dapat dilihat pada rumus (11). Berdasarkan data linearitas di atas, Range kurva kalibrasi standar berdasarkan APHA 2012 3111B, untuk Cu (0,2-10 ppm), Zn (0,05 – 2 ppm), Fe (0,3 – 10 ppm), Cd (0,0005 – 0,01 ppb) dan Pb (0,05 – 0,1 ppb) semua logam berat berada pada garis lurus (linear) dengan batas keberterimaan $r \geq 0,995$. Sedangkan nilai uji F untuk logam Cu, Zn, Fe, Cd, dan Pb dari metode AOAC modifikasi melalui perhitungan dari uji F, dimana nilai $F_{hitung} < F_{tabel}$, hal ini menunjukkan bahwa metode tersebut telah memenuhi syarat keberterimaan, sehingga dapat disimpulkan :

- a) Jika $F_{hitung} < F_{tabel}$: garis yang terbentuk adalah regresi linear
- b) Jika $F_{hitung} > F_{tabel}$: garis yang terbentuk adalah regresi non-linear

Berdasarkan tabel 7, diketahui bahwa nilai MDL dengan metode AOAC modifikasi hasil dari masing-masing logam seperti Cu, Zn, Fe dan Cd menggunakan CRM Dorm-3 telah memenuhi syarat keberterimaan, kecuali logam Pb. Oleh karena CRM logam Pb tidak memenuhi syarat keberterimaan, maka digunakan *spike*, dan hasilnya telah memenuhi

syarat keberterimaan yaitu $MDL < \text{kadar spike}$: $0,51 < 2,46$.

Batas kuantifikasi (LOQ) dari tabel 7, nilai MDL dan LOQ dengan metode AOAC modifikasi telah memenuhi batas keberterimaan secara statistika, maka batasan ini dapat digunakan sebagai acuan laporan hasil pengujian sebagai berikut:

1. hasil pengujian contoh uji diatas nilai LOQ maka laporan harus mencantumkan nilai estimasi ketidakpastian sehingga laporan hasil pengujian lebih (laporan = $x \pm u95\%$);
2. bila hasil pengujian contoh uji beradadiatas MD L namun dibawah LOQ
3. ($MDL < x < LOQ$) maka hasil pengujian dilaporkan tanpa estimasi ketidakpastian; jika hasil contoh uji dibawah MDL maka laboratorium dapat melaporkan $< MDL$ namun laboratorium harus tetap mencantumkan nilai MDL;
4. LOQ percobaan untuk masing-masing logam dapat di gunakan sebagai kurva terendah untuk kurva kalibrasi standar.

Tabel 7. Data Limit Deteksi Logam Berat dalam Daging Ikan

Parameter	Cu (mg/kg)	Zn (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Pb (mg/kg)	Syarat Keberterimaan
a. rata-rata konsentrasi	15,8	52,6	332,3	0,31	2,33	
b. standar deviasi	0,5060	0,77	10,047	0,0369	0,1611	
c. %R	101,68	100,91	95,77	105,65	94,74	
d. %RSD	3,21	1,47	3,02	11,84	6,93	-% RSD $\leq$ 0,67 horwitz
e. MDL	1,59	2,43	31,6	0,12	0,51	-MDL < kadar spike
f. LoQ	3,21	7,73	100,5	0,37	1,61	
Kesimpulan	Diterima	Diterima	Diterima	Diterima	Diterima	

*keterangan kadar spike Pb = 2,46 mg/kg

Tabel 8. Data Akurasi dan Presisi Logam Berat dalam Daging Ikan

Parameter	Cu (mg/kg)	Zn (mg/kg)	Fe (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Pb (mg/kg)	Syarat Keberterimaan
a. Akurasi						
- %R	101,2	102,7	94,7	101,3	85,5	
- Batasan Akurasi(%)	80-115	82,5-112,5	85-110	72,5-122,5	75-120	
- %bias	1,21	2,68	5,26	1,30	14,50	Batasan akurasi % : (Tabel I)
b. Presisi						
b.1. Repitabilitas						- Repitabilitas :
- Pengukuran 1 :	1,86	0,98	2,91	8,05	6,96	% RSD ≤
	5,30	4,41	3,34	9,5	7,06	0,5 horwitz
- Pengukuran 2 :	2,72	1,15	0,60	8,05	6,27	
	5,27	4,40	3,35	9,75	7,28	- Reprodusibilitas :
b.2. Reprodusibilitas :	1,68	1,11	2,67	11,59	1,47	%RSD ≤
	12,29	5,90	4,48	12,89	9,60	0,67 horwitz
Kesimpulan	Diterima	Diterima	Diterima	Diterima	Diterima	

Berdasarkan dari tabel 8, uji perolehan kembali (recovery test, %R) dari Metode AOAC modifikasi untuk semua logam Cu,Zn,Fe Cd dan Pb yaitu berkisar antara 85,5 – 102,2 %. Hal ini menunjukkan bahwa metode AOAC modifikasi telah memenuhi syarat keberterimaan, artinya metode AOAC modifikasi lebih tepat digunakan di laboratorium.

Hasil uji repeatibilitas seperti pada tabel 8, masing-masing logam Cu,Zn,Fe dan Pb % RSD berkisar 1,06 - 8,05 %. Hal ini menunjukkan bahwa uji repeatibilitas telah memenuhi persyaratan yang berlaku yaitu % RSD ≤ 0,5 horwitz. Sedangkan untuk mengetahui kinerja atau kehandalan laboratorium, untuk mengetahui identifikasi metode (aplikasi) dan untuk meningkatkan mutu laboratorium adalah menggunakan uji reprodusibilitas dengan syarat keberterimaan %RSD ≤ 0,67horwitz, dilihat dari tabel 8, % RSD dari masing-masing logam Cu,Zn,Fe, Cd dan Pb adalah berkisar 1,11 -11,59%. Hasil

pengujian akurasi dan presisi pada pengujian ini memenuhi persyaratan pada pengkajian metode AOAC modifikasi

SIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan penggunaan metode AOAC modifikasi dengan penambahan HN03 menggunakan *microwave digestion* (destruksi) untuk analisis logam berat Cu, Zn, Fe, Cd dan Pb dalam daging ikan telah memenuhi semua syarat keberterimaan untuk parameter linearitas, limit deteksi, akurasi dan presisi. Oleh karena metode AOAC modifikasi sudah diakui keabsahannya melalui uji profisiensi *Asia Pasific Metrology Programme* (APMP), maka metode AOAC modifikasi dapat digunakan di laboratorium.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada staf laboratorium tanah dan limbah padat dan staf laboratorium biologi Pusarpedal

yang telah membantu ketersediaan contoh uji, bahan standar dan peralatan pengujian sehingga pengkajian terhadap metode ini dapat terlaksana.

DAFTAR PUSTAKA

- (1) Mukono, MS. 2009. *Arsen, Dampak Terhadap Kesehatan Serta Penanggulangannya*. Fakultas Kesehatan Masyarakat Universitas Airlangga.
- (2) Dony, Purnomo. 2009. *Logam Berat Sebagai Penyumbang Pencemaran Air Laut*. http://logam-berat-sebagai-penyumbang-pencemaran-air-laut-dony-purnomo_files/style_002.css. tgl akses 15 desember 2011 pukul 19.45 Wib.
- (3) Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. Departemen Farmasi FMIPA-UI Vol. I, No.3, Desember 2004, 117 – 135.
- (4) AOAC 999.10. 2005. *Official Method of Analysis of the Association of Official Analytical Chemist*. Benyamin Franklin Station. Washington, D.C.
- (5) Anwar Hadi. 2010. Pedoman Verifikasi Metode Pengujian Parameter Kualitas Lingkungan. Asdep Urusan Standarisasi, Teknologi dan Produk Bersih Deputi Bidang Pembinaan Sarana Teknis dan Peningkatan Kapasitas, KLH, Jakarta, 2010.
- (6) Standard Methods for the Examination of Water and Waste water 21st edition, 4500-S2-D, 2012, American Public Health Association (APHA), Washington DC USA