

## PENENTUAN LOGAM BESI DAN SENG TOTAL DALAM PRODUK PERIKANAN MENGGUNAKAN *FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY* DAN PENGUKURAN NILAI KETIDAKPASTIANNYA

### *DETERMINATION OF TOTAL IRON AND ZINC IN FISH PRODUCT BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY AND ITS MEASUREMENT UNCERTAINTY*

Willy Cahya Nugraha\*, Christine Elishian dan Rosi Ketrin

Pusat Penelitian Kimia, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia  
Jl. Cisitua Sangkuriang, Bandung 40135  
E-mail : willy.nugraha@pnsmail.go.id

Diterima : 19 Mei 2014, Revisi : 30 Mei 2014, Disetujui : 06 Juni 2014

#### ABSTRAK

Besi (Fe) dan Seng (Zn) merupakan unsur yang berguna bagi manusia. Keberadaan logam Fe dan Zn dalam produk perikanan yang cukup kecil (*trace*), mudah terkontaminasi oleh kondisi lingkungan, dan metoda preparasinya yang kompleks menyebabkan penentuan logam Fe dan Zn ini cukup sulit, sehingga perlu dicari suatu metoda uji yang valid dan akurat. Dalam penelitian ini dilakukan pengembangan metoda standar *American of Analytical Chemistry* (AOAC) tahun 2005 no. 999.10 dengan menggunakan bahan acuan bersertifikat DORM 3 (*Fish Protein Certified Reference Material for Trace Metal*) dari *National Research Council of Canada* (NRCC) untuk menguji keakuratan dan ketertelusuran hasil ke *Standard Internasional* (SI). Metoda ini sudah divalidasi berdasarkan parameter-parameter kimia analitik. Hasil penelitian menunjukkan rata-rata kadar Fe dan Zn dalam sampel perikanan sebesar  $178 \pm 14 \text{ mg.Kg}^{-1}$  dan  $59,8 \pm 6,6 \text{ mg.Kg}^{-1}$  (berat kering) dengan faktor cakupan 2 dan tingkat kepercayaan 95%, yang berada pada rentang yang ditentukan  $183,5 \pm 4,3 \text{ mg.Kg}^{-1}$  and  $60 \pm 1,1 \text{ mg.Kg}^{-1}$ .

**Kata kunci :** Fe, Zn, trace, CRM, perikanan

#### ABSTRACT

*Iron (Fe) and Zink (Zn) are essential elements for human being. Determination of this elements in fish products is quite difficult because of Fe and Zn content in trace level, easy to be contaminated by the environmental conditions, and; complex preparation methods so that it is needed to find a good and accurate method. In this paper, we have developed a standard method from American of Analytical Chemistry (AOAC), 2005, no. 999. using DORM 3 as Certified Reference Materials (CRMs) to check accuracy and traceability's results to Standard International (SI). The method has been validated according to analytical parameters. The results showed that means of Fe and Zn concentration in the*

*investigated fish product were  $178 \pm 14 \text{ mg.Kg}^{-1}$  and  $59.8 \pm 6,6 \text{ mg.Kg}^{-1}$  respectively with coverage factor 2 and 95% level of confident, and in range of expected mass were  $183,5 \pm 4,3 \text{ mg.Kg}^{-1}$  and  $60 \pm 1,1 \text{ mg.Kg}^{-1}$  in dry basis.*

**Keywords :** Fe, Zn, trace, CRM, fishery

#### PENDAHULUAN

Salah satu logam esensial yang terdapat dalam produk perikanan adalah besi (Fe) dan seng (Zn). Kedua logam ini merupakan unsur yang penting dan berguna bagi manusia. Logam Fe dalam tubuh manusia berperan dalam proses metabolisme, transfer oksigen, sintesis DNA, dan transfer elektron, sedangkan logam Zn berperan dalam proses metabolisme protein, pertumbuhan dan pembelahan sel<sup>(1,2)</sup>.

Keberadaan logam Fe dan Zn dalam produk perikanan yang cukup kecil (*trace*), mudah terkontaminasi oleh kondisi lingkungan, dan metoda preparasinya yang kompleks, menyebabkan penentuan logam Fe dan Zn ini menjadi cukup sulit. Perlu dicari suatu metoda uji yang valid dan akurat, yang dibuktikan dengan data hasil analisis yang memenuhi parameter persyaratan pengujian untuk dapat diterapkan pada produk perikanan. Beberapa teknik pengukuran yang dapat digunakan untuk menentukan logam Fe dan Zn adalah *Flame Atomic Absorption Spectrometry* (FAAS)<sup>(3)</sup>, *Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry* (GF-AAS)<sup>(4,5)</sup>, *Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry* (ICP-AES)<sup>(6)</sup> dan *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS)<sup>(7,8)</sup>. Setiap teknik pengukuran mempunyai spesifikasi yang unik dengan kelebihan dan kekurangannya.

Pada penelitian ini dilakukan pengembangan metoda yang valid dan akurat untuk penentuan logam esensial Fe dan Zn dalam produk perikanan menggunakan FAAS, dilengkapi dengan perhitungan nilai ketidakpastiannya. Teknik FAAS ini sangat tepat untuk digunakan karena cepat dan sesuai dengan *range* konsentrasi logam Fe dan Zn total dalam produk perikanan yang berada dalam level *part per million* (ppm). Ketertelusuran dari metoda ini diperoleh dari pengukuran *DORM 3 Fish Protein Certified Reference Material for Trace Metal*<sup>(9)</sup>.

## BAHAN DAN METODA

### Bahan

Asam nitrat pekat (60-65%) untuk penentuan logam berbahaya produksi Kanto (Jepang) dipakai untuk pembuatan larutan standar, preparasi dan pengenceran sampel. Selain asam nitrat, digunakan pula hidrogen peroksida 30% produksi Merck (Jerman) untuk menyempurnakan oksidasi pada preparasi sampel dengan *microwave digestion*. Larutan standar kerja dibuat dengan mengencerkan SRM 3126a<sup>(10)</sup> dan SRM 3168a<sup>(11)</sup> yaitu bahan acuan standar produksi *National Institute of Standard and Technology* (NIST, Amerika). Untuk menjamin keakuratan dan ketertelusuran hasil pengujian digunakan *CRM DORM 3 (Fish Protein Certified Reference Material for Trace Metal)* produksi *National Research Council Canada (NRCC, Kanada)*.

### Peralatan

Sampel dipreparasi dengan menggunakan *Microwave Digestion System Milestone MLS-1200* buatan Amerika. Seluruh pengenceran dilakukan dengan metoda penimbangan menggunakan neraca analitik Model Sartorius buatan Perancis. Pengukuran dilakukan menggunakan *Flame-AAS (FAAS) Hitachi Zeeman 5000* buatan Jepang dengan koreksi latar belakang *Zeeman*.

### Metoda

Metoda yang dikembangkan ini mengacu pada metoda standar *American of Analytical Chemistry* (AOAC) yaitu metoda 999.10 tahun 2005<sup>(12)</sup> yang dimodifikasi pada jumlah sampel, jumlah pereaksi, program *microwave* untuk destruksi sampel, dan jenis sampel yang digunakan. Metoda divalidasi agar sesuai dengan penggunaannya yaitu untuk penentuan Fe dan Zn dalam produk perikanan.

### Preparasi sampel

Sebanyak 0,5 g sampel dengan kadar air yang diketahui dengan pasti, ditimbang dalam *microwave vessel*, kemudian ditambahkan 5 mL asam nitrat pekat

dan 2 mL hidrogen peroksida 30%. Sampel didestruksi dengan daya 250 W selama 5 menit dilanjutkan dengan daya 500 W selama 15 menit, kemudian didinginkan. Proses destruksi dilakukan sebanyak 2 kali dengan program yang sama untuk menyempurnakan hasilnya. Hasil destruksi dilarutkan dengan *ultrapure water* hingga 25 g. Larutan ini digunakan langsung untuk menentukan kadar Fe dan diencerkan sebanyak 2 kali untuk menentukan kadar Zn dengan *FAAS*.

### Sampel

Sampel adalah sampel uji profisiensi *Asia Pacific Metrology Programme (APMP) for Essential and Toxic Elements in Seafood*.

### Penentuan Kadar Air Sampel Uji Profisiensi APMP for Essential and Toxic Elements in Seafood

Sebanyak 1 g sampel dimasukan ke dalam cawan petri kemudian disimpan dalam desikator selama 10 hari dengan kalsium sulfat anhidrat sebagai absorben, selanjutnya ditimbang dan dicatat hasilnya. Perlakuan tersebut dilakukan berulang-ulang sampai diperoleh berat sampel yang konstan. Nilai kadar air dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ kadar air} = \frac{(W_0 + W_s) - W_i}{W_s} \times 100 \quad \dots\dots (1)$$

Dengan:

$W_0$  = berat botol kosong (g)

$W_s$  = berat sampel (g)

$W_i$  = berat sampel setelah pengeringan (g)

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Kadar air sampel dan CRM

Kadar air suatu sampel dan CRM sangat dipengaruhi oleh kondisi penyimpanan sampel dan CRM tersebut. Kadar air perlu ditentukan untuk dijadikan sebagai faktor koreksi pada penentuan kadar Fe dan Zn total yang didasarkan pada berat kering. Hasil pengujian kadar air untuk sampel dan CRM dapat dilihat pada Tabel 1, di mana kadar air sampel dihitung dari rata-rata 3 replikat yang didapatkan konstan pada hari ke 11, sedangkan kadar air CRM dari rata-rata 2 replikat.

Tabel 1. Hasil pengujian kadar air sampel dan CRM

Sampel	Rata-rata kadar air (%)	sd	% rsd
Sampel uji <i>proficiency APMP</i>	14,38	0,0188	0,13
CRM DORM 3	4,59	0,1580	3,45

### Verifikasi peralatan

Kondisi peralatan yang optimal menjadi dasar yang penting sebelum dilakukan pengujian. Karena itu perlu dilakukan verifikasi FAAS sebelum digunakan. Verifikasi FAAS ini meliputi sensitifitas dan batas deteksi alat. Sensitifitas alat menunjukkan nilai konsentrasi analit pada 1% Transmittan atau yang setara dengan nilai absorban sebesar 0,0044<sup>(13)</sup>, hasil pengukuran dan nilai sensitifitas alat untuk Fe dan Zn diberikan pada Tabel 2 dan 3 yang dihitung berdasarkan persamaan (2).

$$\text{Sensitifitas alat} = 0,0044 \frac{\text{Konsentrasi}}{\text{Absorbansi}} \quad \dots\dots (2)$$

Tabel 2. Hasil nilai sensitifitas FAAS untuk pengujian Fe

Konsentrasi standar Fe (mg.Kg <sup>-1</sup> )	Rata-rata Absorbans	sd	%rsd	sensitifitas
1	0.0340	0.000115	0.34	0.1295
2	0.0676	0.000208	0.31	0.1301
3	0.1011	0.000173	0.17	0.1306
4	0.1322	0.00095	0.72	0.1331
5	0.1653	0.000283	0.17	0.1331

Tabel 2. Hasil nilai sensitifitas FAAS untuk pengujian Zn

Konsentrasi standar Zn (mg.Kg <sup>-1</sup> )	rata-rata Absorbans	sd	%rsd	sensitifitas
0.2	0.0605	0.0003	0.53	0.0146
0.4	0.1165	0.0002	0.34	0.0151
0.6	0.1753	0.0007	0.57	0.0151
0.8	0.2350	0.0005	0.26	0.0150

Dari Tabel 2 dan 3, diperoleh rata-rata nilai sensitifitas FAAS untuk Fe dan Zn masing-masing adalah 0,13 dan 0,016. Nilai yang diperoleh ini lebih kecil atau sama dengan nilai sensitifitas alat yang tercantum pada manual alat FAAS Hitachi Z-5000 yaitu 0,13 dan 0,04 mg.Kg<sup>-1</sup>. Hal ini menunjukkan bahwa alat FAAS yang digunakan memiliki sensitifitas yang baik sehingga dapat digunakan untuk pengujian sampel.

Batas deteksi alat menyatakan nilai konsentrasi terkecil yang masih dapat dibaca oleh alat, yang diperoleh dari hasil perhitungan statistik standar deviasi pengukuran blanko standar yang dilakukan sebanyak 10 kali, sesuai dengan persamaan (3).

$$\text{Batas deteksi alat} = (3 \times sd) \quad \dots\dots (3)$$

Dengan:

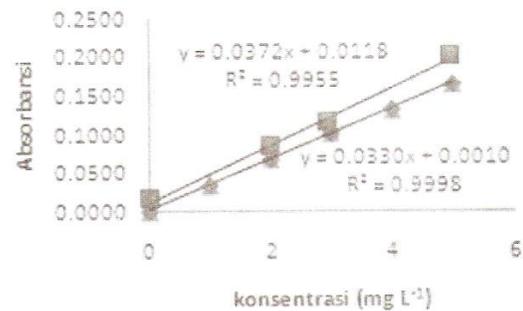
nilai *sd* : dalam unit konsentrasi (mg Kg<sup>-1</sup>)

Diperoleh nilai batas deteksi alat FAAS untuk Fe dan Zn yang masing-masing adalah 0,02 dan 0,001 mg Kg<sup>-1</sup>, yang berarti bahwa pengukuran sampel di bawah nilai tersebut tidak akan terdeteksi oleh alat.

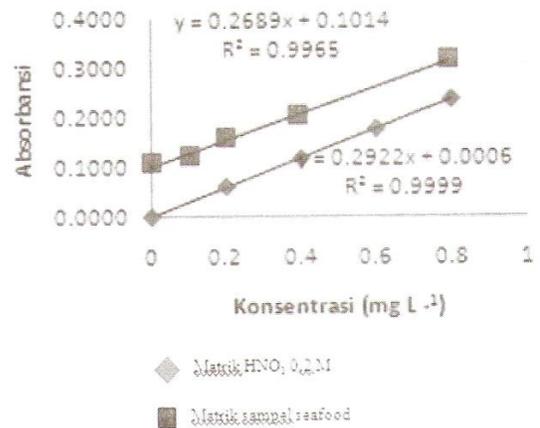
### Pengaruh efek matrik

Matrik sampel dapat memberikan gangguan fisik pada pengukuran nilai absorban. Semakin kompleks matrik suatu sampel akan memberikan pengaruh yang semakin besar karena berbagai faktor yang mempengaruhinya seperti viskositas, kecepatan alir dan lain sebagainya. Pengaruh efek matrik sampel terhadap pengukuran Fe dan Zn total ditentukan dengan membandingkan slope kurva kalibrasi dari larutan standar Fe dan Zn di dalam larutan asam nitrat 0,2 M dan slope kurva kalibrasi larutan standar adisi.

#### Efek Matrik Logam Fe



#### Efek Matrik Logam Zn



Gambar 1. Pengaruh efek matrik dari sampel terhadap HNO<sub>3</sub> 0,2 M

Pada Gambar 1, menunjukkan tidak ada perbedaan *slope* yang nyata dari kedua kurva kalibrasi. Hal ini berarti bahwa matrik sampel tidak berpengaruh secara nyata terhadap penentuan kadar Fe dan Zn dalam sampel perikanan, sehingga dalam penelitian ini dapat digunakan metoda kalibrasi eksternal untuk penentuan konsentrasi analit dalam sampel<sup>(14)</sup>.

**Validasi metoda**

Validasi metoda dilakukan untuk mengonfirmasi bahwa metoda yang digunakan yaitu *AOAC Method 999.10* tahun 2005 dapat diterapkan untuk sampel produk perikanan. Hasil parameter analitik untuk validasi metoda ini dapat dilihat pada Tabel 4. Perhitungan lengkap untuk data validasi metoda ini merujuk pada laporan sebelumnya<sup>(15)</sup>.n158), serin (Ser111), dan asparagin (Asn20), pada Gambar 5, berinteraksi dengan tiga dari delapan gugus -OH selobiosa. Interaksi ini sekaligus menunjukkan spesifitas dari enzim terhadap substrat yang hidrofilik.

**Tabel 4.** Nilai optimal hasil validasi metoda penentuan Fe dan Zn total dalam produk perikanan dengan *FAAS*

No.	Parameter uji	Fe	Zn
1	Linearitas (mg.Kg <sup>-1</sup> )	0,5 -5,0	0,05 - 0,80
2	Limit deteksi (mg.Kg <sup>-1</sup> )	0,19	0,05
3	Limit kuantitasi (mg.Kg <sup>-1</sup> )	0,52	0,10
4	Presisi (% <i>orsd</i> )	0,7	5,1
5	Akurasi (%)	103,4	100,7

**Ketertelusuran**

Ketertelusuran dari metoda ini didapat melalui pengujian bahan acuan CRM DORM3 yang hasilnya diberikan pada Tabel 5. Dapat dilihat bahwa hasil pengukuran dengan metoda ini bersesuaian dengan hasil yang tercantum pada sertifikat, menunjukkan bahwa metoda ini akurat, tidak bias, dan tertelusur<sup>(16)</sup>.

**Tabel 5.** Hasil pengujian Fe dan Zn total dalam CRM DORM3

No.	Analit	CRM DORM 3	
		Hasil Pengujian * (mg.Kg <sup>-1</sup> )	Nilai Sertifikat (mg.Kg <sup>-1</sup> )
1	Fe	359 ± 5	347 ± 20
2	Zn	51,7 ± 4,4	51,3 ± 3,1

\* Hasil rata-rata dan presisi dari 3 replikat

**Aplikasi Metoda Penentuan Kadar Fe dan Zn dalam produk perikanan**

Metoda ini diterapkan untuk penentuan kadar Fe dan Zn total pada sampel uji profisiensi *APMP for Essential and Toxic Elements in Seafood*. Hasil pengujian logam Fe dan Zn total dalam sampel tersebut dapat dilihat pada Tabel 6.

**Tabel 6.** Hasil pengujian Fe dan Zn total dalam sampel APMP

Hasil pengujian	Fe	Zn
Kadar sampel (mg.Kg <sup>-1</sup> , berat kering)	178	59,8
Replikat pengulangan (n)	5	5
Presisi (%)	0,8	4,3
Target analit sampel berdasarkan nilai Assigned Value (mg.Kg <sup>-1</sup> , berat kering)	183,5 ± 4,3	60 ± 1,1

**Estimasi Ketidakpastian pengujian Logam Zn dan Fe dalam sampel**

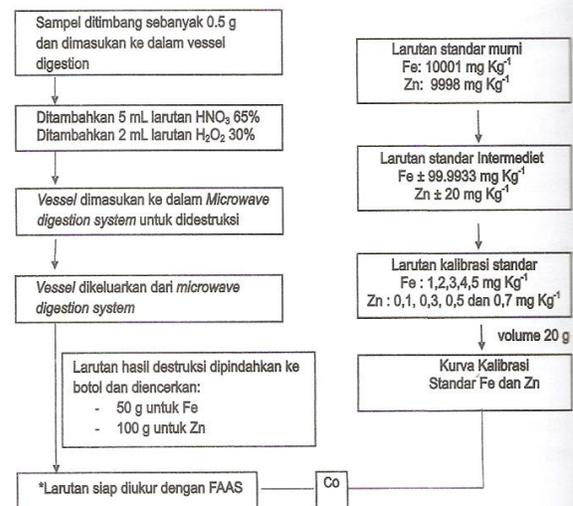
Dalam menghitung nilai ketidakpastian, sumber-sumber yang berkontribusi pada pengujian Fe dan Zn total dalam sampel telah diidentifikasi<sup>(17)</sup>. Perhitungan nilai ketidakpastian baku, relatif dan gabungan untuk masing-masing komponen merujuk pada laporan sebelumnya<sup>(18)</sup>.

Adapun tahapan-tahapan dalam menentukan nilai estimasi ketidakpastian dalam pengujian Fe dan Zn total dalam sampel:

**Menentukan model pengujian, formula penghitungan dan komponen - komponen ketidakpastian**

**Model pengujian**

Model pengujian Fe dan Zn total diperoleh dari *AOAC* metoda 999.10 tahun 2005 yang telah dikembangkan atau dimodifikasi. Diagram alir pengujian Fe dan Zn total dalam produk perikanan dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Diagram alir pengujian Fe dan Zn total dalam produk perikanan

### Formula pengujian

Hasil pengukuran dihitung berdasarkan nilai berat kering (*dry basis*) dengan memperhitungkan nilai kadar air dari sampel dan CRM serta nilai *recovery* dari hasil pengujian CRM DORM 3, sehingga formula untuk menghitung kadar Fe dan Zn total dalam sampel dapat dilihat pada persamaan 4.

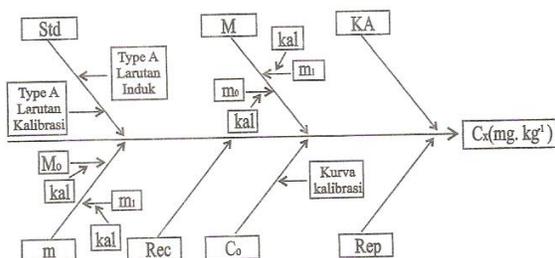
$$C_x = \frac{C_o \times M}{m} \times \frac{1}{Rec} \times \frac{100}{100-KA} \times (Rep) \quad \dots\dots (4)$$

#### Keterangan:

- $C_x$  = Kadar Fe dan Zn total dalam sampel (*dry basis*) [mg.Kg<sup>-1</sup>]
- $C_o$  = Konsentrasi Fe dan Zn hasil dari kurva kalibrasi [mg.Kg<sup>-1</sup>]
- $M$  = Massa pelarutan [g]
- $m$  = Berat sampel [g]
- $Rec$  = Nilai perolehan kembali hasil analisis dari CRM (%)
- $KA$  = Nilai kadar air [%]
- $Rep$  = Nilai presisi metoda [%]

### Diagram Cause Effect

Dengan mengidentifikasi sumber-sumber yang berkontribusi pada masing-masing komponen ketidakpastian, sehingga dapat ditemukan akar penyebab yang dapat berpengaruh pada hasil pengujian, yang dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Diagram Cause Effect untuk pengujian logam Fe dan Zn total dalam produk perikanan

Pada gambar 3, terlihat bahwa setiap komponen ketidakpastian memiliki akar atau sumber yang berpengaruh pada hasil komponen tersebut, sehingga hal tersebut dapat menjadi suatu faktor atau *critical point* yang dapat dikontrol pada saat pengujian sampel.

### Nilai ketidakpastian gabungan ( $\mu c$ )

Nilai ketidakpastian diperoleh berdasarkan uji statistik untuk setiap komponen yang berpengaruh pada pengujian, kemudian dihitung nilai ketidakpastian baku dan relatifnya. Hasil perhitungan ketidakpastian baku dan relatif untuk logam Fe dan Zn dapat dilihat pada Tabel 7 dan 8.

Adapun rumus statistik untuk menghitung nilai ketidakpastian gabungan dari masing-masing komponen, dapat dilihat pada persamaan 5.

#### Persamaan 5:

$$\left(\frac{\mu(C_x)}{C_x}\right)^2 = \left(\frac{\mu_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\mu_M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{C_{o,3}}}{C_{o,3}}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{C_{o,4}}}{C_{o,4}}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{KA}}{KA}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{C_o}}{C_o}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{Rec}}{Rec}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{Rep}}{Rep}\right)^2$$

$$\mu(C_x) = C_x \times \sqrt{\left(\frac{\mu_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\mu_M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{C_{o,3}}}{C_{o,3}}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{C_{o,4}}}{C_{o,4}}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{KA}}{KA}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{C_o}}{C_o}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{Rec}}{Rec}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{Rep}}{Rep}\right)^2}$$

Tabel 7. Nilai ketidakpastian baku dan ketidakpastian baku relatif untuk setiap komponen ketidakpastian pada pengujian logam Fe total

Komponen-komponen ketidakpastian	Nilai (Xi)	Ketidakpastian Baku ( $\mu$ Xi)	Satuan	Ketidakpastian baku relatif ( $\mu$ Xi/Xi)	Tipe Evaluasi
Larutan standar kalibrasi tipe A	3,0	$5,8 \times 10^{-4}$	mg.Kg <sup>-1</sup>	$1,9 \times 10^{-4}$	A
Larutan standar kalibrasi tipe B	10001	11.50	mg.Kg <sup>-1</sup>	$1,2 \times 10^{-3}$	B
Kurva kalibrasi (Co)	3,7	$3,3 \times 10^{-2}$	mg.Kg <sup>-1</sup>	$9,0 \times 10^{-3}$	A & B
Massa pelarutan (M)	25,9	$7,1 \times 10^{-5}$	g	$2,7 \times 10^{-6}$	B
Berat sampel (m)	0,5	$7,1 \times 10^{-5}$	g	$1,4 \times 10^{-4}$	B
Kadar air (KA)	14,4	0,01	%	$7,0 \times 10^{-6}$	A & B
Perolehan kembali (Rec)	103	$3,4 \times 10^{-2}$	%	$3,3 \times 10^{-2}$	A & B
Presisi (Rep)	-	-	-	$8,0 \times 10^{-3}$	A
Kadar Fe dalam sampel (Cx)	178	-	mg.Kg <sup>-1</sup>	-	-
$\mu c$	-	7.2	mg.Kg <sup>-1</sup>	-	-

Tabel 8. Nilai ketidakpastian baku dan ketidakpastian baku relatif untuk setiap masing-masing komponen ketidakpastian pada pengujian logam Zn total

Komponen-komponen ketidakpastian	Nilai (Xi)	Ketidakpastian Baku ( $\mu$ Xi)	Satuan	Ketidakpastian baku relatif ( $\mu$ Xi/Xi)	Tipe Evaluasi
Larutan standar kalibrasi tipe A	0,3	$9,1 \times 10^{-5}$	mg.Kg <sup>-1</sup>	$3,0 \times 10^{-4}$	A
Larutan standar kalibrasi tipe B	9998	13.00	mg.Kg <sup>-1</sup>	$1,3 \times 10^{-3}$	B
Kurva kalibrasi (Co)	0,5	$1,3 \times 10^{-2}$	mg.Kg <sup>-1</sup>	$2,9 \times 10^{-2}$	A & B
Massa pelarutan (M)	51,8	$7,1 \times 10^{-5}$	g	$1,4 \times 10^{-6}$	B
Berat sampel (m)	0,5	$7,1 \times 10^{-5}$	g	$1,4 \times 10^{-4}$	B
Kadar air (KA)	14,4	0,01	%	$7,0 \times 10^{-6}$	A & B
Perolehan kembali (Rec)	101	$3,3 \times 10^{-2}$	%	$3,3 \times 10^{-2}$	A & B
Presisi (Rep)	-	-	-	$4,3 \times 10^{-2}$	A
Kadar Zn dalam sampel (C Zn)	59,8	-	mg.Kg <sup>-1</sup>	-	-
$\mu c$	-	3.3	mg.Kg <sup>-1</sup>	-	-

Pada Tabel 7 dan 8, diperoleh nilai ketidakpastian gabungan untuk pengujian Fe dan Zn total dalam sampel sebesar  $7,2 \text{ mg.Kg}^{-1}$  dan  $3,3 \text{ mg.Kg}^{-1}$ , dengan komponen ketidakpastian *recovery* dan presisi sebagai komponen penyumbang terbesar pada pengujian Fe dan Zn total.

### Nilai ketidakpastian diperluas ( $U_p$ )

Nilai ini ditentukan untuk mengeliminasi sumber-sumber yang tidak teridentifikasi pada

pengujian sampel sehingga diperoleh probabilitas yang memadai yaitu bahwa hasil uji berada pada rentang ketidakpastian. Oleh karena itu, nilai ketidakpastian gabungan harus dikalikan dengan suatu faktor cakupan ( $k$ ).

$$U_g = k \times \mu_c \quad \dots\dots (6)$$

Dari persamaan 6 diperoleh nilai ketidakpastian diperluas ( $U_E$ ) untuk logam Fe dan Zn total, yaitu masing – masing sebesar  $14,4 \text{ mg.Kg}^{-1}$  dan  $6,6 \text{ mg.Kg}^{-1}$  dengan tingkat kepercayaan 95% dan faktor cakupan ( $k=2$ ).

### Pelaporan Hasil

Kadar Fe dan Zn total dalam produk perikanan yaitu sebesar  $178 \pm 14 \text{ mg.Kg}^{-1}$  dan  $59,8 \pm 6,6 \text{ mg.Kg}^{-1}$  berdasarkan pada berat keringnya (*dry basis*)

### KESIMPULAN

Pada penelitian ini telah dikembangkan metoda yang akurat dan tertelusur untuk menentukan kadar logam Fe dan Zn dalam produk perikanan. Metoda ini telah diaplikasikan untuk pengukuran sampel uji profisiensi *APMP for Essential and Toxic Elements in Seafood* dengan hasil pengukuran untuk Fe dan Zn adalah  $178 \pm 14,4 \text{ mg.Kg}^{-1}$  dan  $59,8 \pm 6,6 \text{ mg.Kg}^{-1}$  dalam berat kering dengan faktor cakupan 2 dan tingkat kepercayaan 95%. Nilai ini berada pada *range* yang ditentukan oleh penyelenggara uji profisiensi.

### DAFTAR PUSTAKA

1. .S. Gurzau, C. Neagu, & A.E. Gurzau, (2003). Essential metals—case study on iron. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 56, 190–200.
2. L.M. Plum, L. Rink, & H. Haase, (2010). The Essential Toxin: Impact of Zinc on Human Health. *Int. J. Environ. Res. Public Health*, 7, 1342–1365.
3. G. Doner, & A. Ege, (2004). Evaluation of Digestion Procedures for The Determination of Iron an Zinc in Biscuits by Flame Atomis Absorption Spectrometry. *Analytical Chimica Acta*, 520, 217–222.
4. P.R.M. Correia, E. Oliveira. & P.V. Oliveira, (2002) Minimalism approach for determination of Cu, Fe and Zn in serum by simultaneous electrothermal atomic absorption spectrometry. 2002. *Analytica Chimica Acta*, 458, 321–329.
5. P.Bermejo-Barrera, O.Muñiz-Naveiro, O.Moreda-Piñeiro, A.Bermejo-Barrer, (2001). The multivariate optimisation of ultrasonic bath-induced acid leaching for the determination of trace elements in seafood products by atomic absorption spectrometry , *Analytica Chimica Acta*, 439, 211–227.
6. S.Onsanit, et.al. (2010). Trace elements in two marine fish cultured in fish cages in Fujian province, China, *Environmental Pollution*, 158,1334–1342.
7. Kuei-Lan Chen., Shiuh-Jen Jiang. (2002). Determination of calcium, iron and zinc in milk powder by reaction cell inductively coupled plasma mass spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 470, 223–228.
8. T.Guérin, et.al. (2011). Determination of 20 trace elements in fish and other seafood from the French market, *Food Chemistry*, 127, 934–942.
9. DORM 3 Certified Reference Materials. Fish Protein Certified Reference Materials for trace element. National of Research Council of Canada.
10. SRM 3126a. Standard Reference Material for Fe Standard Solution. Lot No 051031. National Institute of Standard and Technology.
11. SRM 3168a. Standard Reference Material for Fe Standard Solution. Lot No 080123. National Institute of Standard and Technology.
12. W. Horwitz, (2005). *Official Methods of Analysis of AOAC*. AOAC International, USA.
13. J. Kenkel, (2003). *Analytical Chemistry for Technician*, Third Edition. CRC Press LCC, USA, p 1-545.
14. L.C. Rodriguez, et all. (2001). Calibration in Chemical Measurement Process.II A Methodological Approach. *Trend.Anal.Chem*, 20, 620–636.
15. W. C.Nugraha, C.Elishian, & R.Ketrin, (2012). Validasi Metoda Analisis As, Cd, Fe dan Zn dalam Produk Perikanan dengan Atomic Absorption Spectrometry. *Prosiding Seminar Nasional Ilmu Pengetahuan Teknik*. Hal. 167-169, Tanggal 28-29 November, Bandung.
16. ISO 17025:2005. General Requirement for the Competence of Testing and Calibration Laboratories.
17. Eurachem/Citac Guide. (2012). Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3<sup>rd</sup> Edition.
18. C.Elishian, W.C. Nugraha, & R. Ketrin, (2012). Estimasi Ketidakpastian Pada Pengujian Kadmium dalam Produk Perikanan Menggunakan Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. *Jurnal Kimia Terapan Indonesia*, Vol. 14, 47-54.