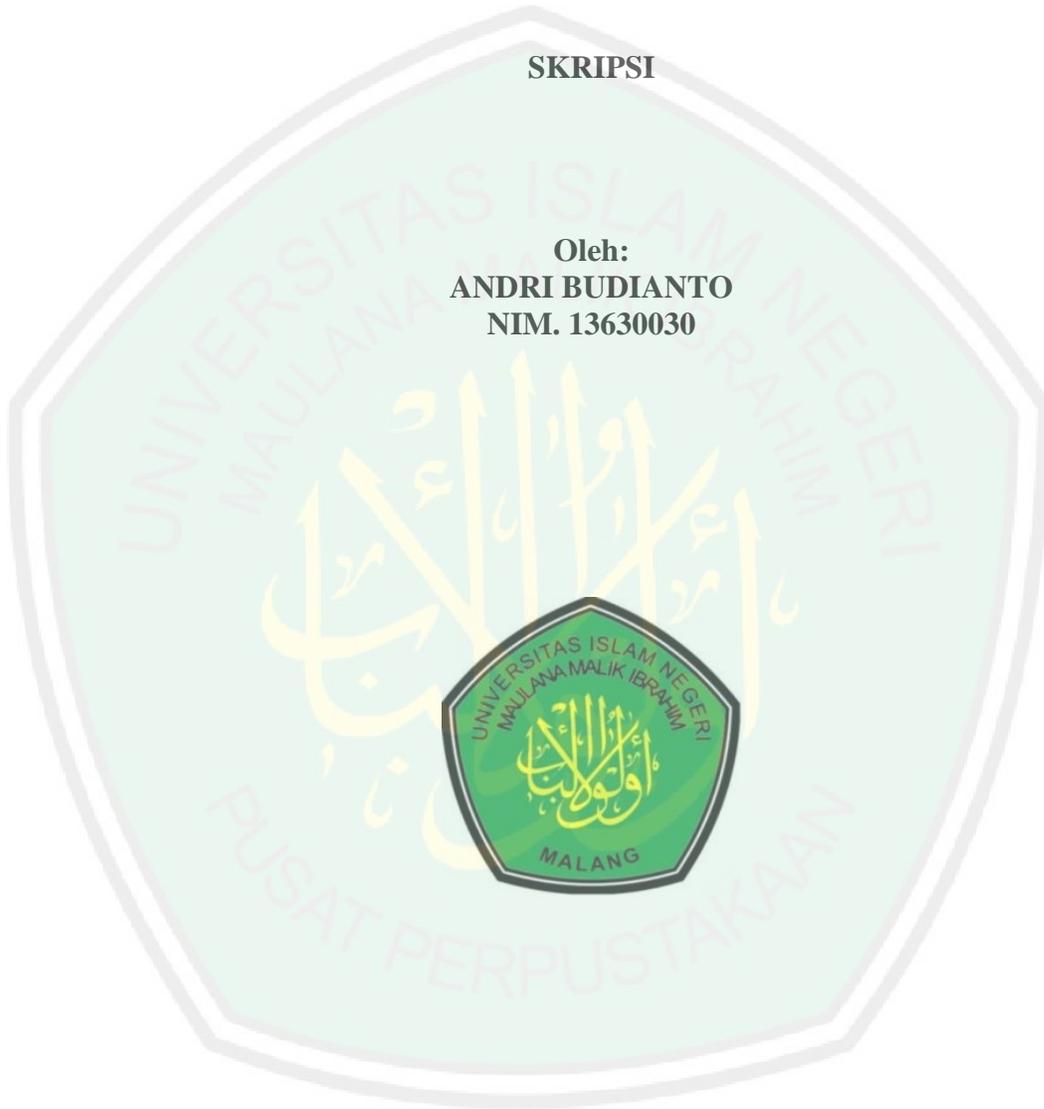


**ANALISIS KANDUNGAN TIMBAL (Pb) PADA TANAMAN KANGKUNG
AIR (*Ipomoea Aquatic* Forrsk) DI SUNGAI LESTI KABUPATEN MALANG
DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI BASAH TERTUTUP
MENGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
ANDRI BUDIANTO
NIM. 13630030



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

**ANALISIS KANDUNGAN TIMBAL (Pb) PADA TANAMAN KANGKUNG
AIR (*Ipomoea Aquatic* Forrsk) DI SUNGAI LESTI KABUPATEN MALANG
DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI BASAH TERTUTUP
MENGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
ANDRI BUDIANTO
NIM. 13630030

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
2017**

ANALISIS KANDUNGAN TIMBAL (Pb) PADA TANAMAN KANGKUNG
AIR (*Ipomoea Aquatic* Forrsk) DI SUNGAI LESTI KABUPATEN MALANG
DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI BASAH TERTUTUP
MENGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh:
ANDRI BUDIANTO
NIM. 13630030

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 12 Desember 2017

Pembimbing I

Eny yulianti, M.Si
NIP. 19770720 200312 2 001

Pembimbing II

Romaidi, M.Si, D.Sc
NIP. 198110201 200901 1 019

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

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

ANALISIS KANDUNGAN TIMBAL (Pb) PADA TANAMAN KANGKUNG
AIR (*Ipomoea Aquatic Forrsk*) DI SUNGAI LESTI KABUPATEN MALANG
DENGAN VARIASI METODE DESTRUKSI BASAH TERTUTUP
MENGUNAKAN SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh:
ANDRI BUDIANTO
NIM. 13630030

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 12 Desember 2017

Penguji Utama	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Ketua Penguji	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIDT. 19830125 20160801 2 068	(.....)
Sekretaris Penguji	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
Anggota Penguji	: Romaidi, M.Si, D.Sc NIP. 198110201 200901 1 019	(.....)

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Andri Budianto

Nim : 13630030

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian :“Analisis Kandungan Timbal (Pb) Pada Tanaman Kangkung Air (*Ipomoea Aquatic* Forrsk) Di Sungai Lesti Kabupaten Malang Dengan Variasi Metode Destruksi Basah Tertutup Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, 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, 12 Desember 2017

Yang membuat pernyataan,



Andri Budianto

NIM. 13630030

KATA PENGANTAR

Segala puja dan puji syukur kami panjatkan kehadirat Allah yang Maha Pengasih lagi Maha Penyayang kepada seluruh hamba-Nya, yang mana hanya dengan rahmat, taufik, hidayah dan inayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi penelitian dengan judul **“Analisis Kandungan Timbal (Pb) Pada Tanaman Kangkung Air (*Ipomoea Aquatica* Forrsk) Di Sungai Lesti Kabupaten Malang Dengan Variasi Metode Destruksi Basah Tertutup Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”** ini dengan semaksimal mungkin, meskipun masih jauh dari kesempurnaan karena banyaknya kekurangan.

Shalawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada Nabi junjungan, Nabi Muhammad Shallallahu ‘alaihi wa sallam yang karena ajaran Beliau kita dapat menuju jalan yang lurus, jalan yang diridhoi. Semoga Allah melimpahkan kepada Beliau, rahmat yang sesuai dengan keutamaan sebagai pahala atas amal perbuatan Beliau, serta kepada semua keluarga, sahabat, para pengikut dan juga pecintanya yang senantiasa meneruskan perjuangan sampai saat ini hingga akhir zaman.

Penyusunan penelitian ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban jenjang S1 dalam tugas akhir berupa skripsi. Semoga kedepannya dapat terlaksana dengan sebaik-baiknya serta dapat memberikan hasil yang maksimal sehingga dapat memberikan manfaat kepada para pembaca. Penulis menyadari keterbatasan pengetahuan yang penulis miliki, karena itu tanpa keterlibatan dan saran dari berbagai pihak, sulit bagi penulis untuk menyelesaikan skripsi ini. Oleh karena itu, dengan segenap kerendahan hati patutlah penulis ucapkan terimakasih kepada:

1. Ibu, bapak serta saudara-saudara tercinta. Terimakasih atas segala doa dan cinta kasih yang tiada henti diberikan kepada penulis serta senantiasa memberikan motivasi yang luar biasa sehingga mampu memberikan pencerahan dan penguatan kepada penulis.
2. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M. Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang sekaligus dosen penguji yang telah memberikan pengarahan, bimbingan dan nasehat kepada penulis selama menyelesaikan penelitian ini.
5. Ibu Eny Yulianti, M.Si, Rif'atul Mahmudah, M.Si, Romaidi, M.Si, D.Sc, selaku dosen pembimbing penelitian yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memotivasi, mengarahkan dan memberi masukan dalam menyelesaikan penelitian ini.
6. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Teman-taman Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi dan masukannya kepada penulis terutama tim analisis jamu antikanker yang telah memberikan motivasi dan canda tawa dalam penyusunan penelitian ini.
8. Semua rekan-rekan dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu-persatu atas segala bantuan dan motivasinya kepada penulis.

Dengan menyadari atas terbatasnya ilmu yang penulis miliki, skripsi ini tentu jauh dari kata sempurna. Untuk itu penulis dengan senang hati mengharapkan kritik dan saran untuk perbaikan dalam penyusunan laporan selanjutnya. Terlepas dari segala kekurangan, semoga skripsi ini dapat memberikan informasi dan kontribusi positif serta bermanfaat bagi kita semua. Amiin.

Malang, 12 Desember 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGAJUAN	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR.....	x
ABSTRAK	xi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1	Lat
ar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan masalah	7
1.5 Manfaat penelitian.....	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1	Kar
aktristik Sungai Lesti	9
2.2 Sumber Pencemar Pb di Perairan Sungai Lesti.....	10
2.2.1 Sumber Pencemar Pb dari Aktivitas Rumah Tangga.....	10
2.2.2 Sumber Pencemar Pb dari Aktivitas Pertanian	11
2.2.3 Sumber Pencemar Pb dari Aktivitas Industri	13
2.3 Timbal dan Toksisitas Timbal.....	14
2.4 Timbal Pada Kangkung Air	16
2.5 Destruksi Basah Tertutup.....	17
2.5.1 Destruksi dengan Refluks	20
2.5.2 Destruksi dengan Microwave.....	21
2.6 Prinsip Analisis Logam Timbal (Pb) Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	22
2.6.1 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom.....	25
2.7 Parameter Analisa Kualitas Pendukung	27
2.7.1 Nitrat	27
2.7.2 Fosfat.....	28
2.8 Uji One Way Annova.....	29
2.9 Pencemaran Lingkungan dalam Perspektif Islam	30

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Wa
ktu dan Tempat Penelitian.....	32
3.2 Jenis Penelitian.....	32
3.3 Alat dan Bahan.....	32
3.3.1 Alat.....	32
3.3.2 Bahan	32
3.4 Tahapan Penelitian	33
3.5 Cara Kerja	33
3.5.1 Penentuan Stasiun Pengambilan Sampel	33
3.5.2 Pengambilan dan Pengawetan Sampel Tanaman Kangkung Air	34
3.5.3 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).....	35
3.5.4 Pembuatan Kurva Standar Pb	36
3.5.5 Preparasi Sampel Tanaman Kangkung Air.....	36
3.5.6 Penentuan Metode Destruksi Basah Tertutup Terbaik	36
3.5.7 Preparasi Sampel Kangkung Air.....	38
3.5.8 Penentuan Kadar Pb dalam Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup Terbaik.....	38
3.5.9 Pengukuran Parameter Pendukung	39
3.5.9.1 Nitrat	39
3.5.9.2 Fosfat.....	40
3.5.10 Analisis Data	39
 BAB IV PEMBAHASAN	
4.1 Proses Pengambilan Sampel Lingkungan	41
4.2 Preparasi Sampel.....	44
4.3 Penentuan Metode Destruksi Basah Tertutup Terbaik	44
4.3.1 Metode Destruksi Basah Tertutup Microwave	45
4.3.2 Metode Destruksi Basah Tertutup Refluks	47
4.4 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Tanaman Kangkung Air Menggunakan Destruksi Basah Microwave Serta Penentuan Kadar Fosfat dan Nitrat Sebagai Parameter Pendukung	52
4.5 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	61
4.6 Pembuatan Kurva Standar	63
4.7 Kajian Hasil Penelitian Menurut Perspektif Islam.....	65
 BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	69
5.2 Saran.....	69
 DAFTAR PUSTAKA	 71



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kisaran Umum Konsentrasi Timbal Pada Pupuk	12
Tabel 3.1 Pemilihan Metode destruksi Basah Tertutup Terbaik untuk Logam Timbal dalam Sampel Kangkung Air	37
Tabel 3.2 Hasil Analisis Ulangan Sampel Tanaman Kangkung Air Menggunakan Destruksi Basah Tertutup Terbaik.....	38
Tabel 4.1 Hasil Uji Anova	51
Tabel 4.2 Rata-Rata Kadar Timbal, Fosfat dan Nitrat Pada Tiap Stasiun	53
Tabel 4.3 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal.....	63



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Akumulasi Timbal dalam Tubuh.....	14
Gambar 2.2 Timbal Pada Kangkung Air.....	16
Gambar 2.3 Skema umum atomisasi timbal (Pb) dalam SSA	22
Gambar 2.4 Komponen Spektroskopi Serapan Atom.....	25
Gambar 3.1 Lokasi Stasiun Pengambilan Sampel	33
Gambar 4.1 Grafik Penentuan Destruksi Basah Tertutup Terbaik	49
Gambar 4.2 Rata-Rata Kadar Tmbal, Fosfat dan Nitrat Pada Tiap Stasiun.....	52
Gambar 4.3 Kurva Standar Pb	64



ABSTRAK

Budianto, Andri. 2017. **Analisis Kandungan Timbal (Pb) Pada Kangkung Air (*Ipomoea Aquatic* Forrsk) di Sungai Lesti Kabupaten Malang Dengan Variasi Metode Destruksi Basah Tertutup Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si; Pembimbing II: Romaidi, M.Si, D.Sc; Konsultan: Rif'atul Mahmudah, M.Si

Kata Kunci : Sungai Lesti, Kangkung air, Timbal, Destruksi basah tertutup

Sungai Lesti merupakan salah satu sungai yang terletak di Kabupaten Malang yang dimanfaatkan untuk keperluan aktivitas domestik, nondomestik dan sebagai buangan limbah rumah tangga, pertanian dan industri sehingga mengakibatkan kualitas dari Sungai Lesti menurun. Kangkung air memiliki kemampuan dalam penyerapan logam timbal (Pb) sehingga dapat dijadikan sebagai bioindikator untuk menentukan kualitas perairan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui metode destruksi basah tertutup terbaik untuk penentuan logam timbal (Pb) dalam sampel tanaman kangkung air menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dan untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) pada beberapa stasiun pengambilan sampel dengan menggunakan bioindikator kangkung air.

Tahapan penelitian ini meliputi: penentuan stasiun pengambilan sampel, pengambilan, pengawetan, serta preparasi sampel. Kemudian sampel kangkung air sebanyak 2 gram didestruksi menggunakan microwave dan refluks untuk mengetahui metode destruksi basah tertutup terbaik. Penentuan kadar logam timbal (Pb) pada masing-masing sampel kangkung air yang diambil di stasiun yang berbeda didestruksi dengan menggunakan destruksi basah tertutup terbaik dan diukur menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Hasil analisis berdasarkan konsentrasi yang terukur menunjukkan metode destruksi microwave memiliki konsentrasi yang sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan refluks. Hasil analisis dengan *one way* ANOVA dengan tingkat kesalahan 0,01 diperoleh F hitung sebesar 3,88 sedangkan F tabel 21,20 yang artinya tidak terdapat pengaruh antara variasi metode destruksi terhadap perolehan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel tanaman kangkung air. Kadar logam timbal (Pb) pada masing-masing sampel kangkung air yang diambil pada stasiun yang berbeda dari stasiun I, II, III, IV, V, VI dan VII secara berturut-turut adalah 0,2183 mg/kg; 0,2923 mg/kg; 0,4483 mg/kg; 0,3305 mg/kg; 2, 6131 mg/kg; 2,9396 mg/kg dan 2,8452 mg/kg

ABSTRACT

Budianto, Andri. 2017. An Analysis of metal contents (Pb) in water kale (*Ipomoea Aquatic* Forrsk) at Lesti River of Malang with Variation of Wet Closed Destruction Method Using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology of the State Islamic University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor: Eny Yulianti, M.Si; Supervisor II: Romaidi, M.Si; D. Sc; Consultant: Rif'atul Mahmudah, M.Si

Keywords: Lesti River, *Ipomoea Aquatic* Forrsk, Lead, Wet Closed Destruction

Lesti River is one of the rivers located in Malang Regency which is used for domestic, nondomestic and domestic waste, agricultural and industrial waste will decrease the quality of Lesti River. *Ipomoea aquatic* forrsk has the ability to absorb lead metal (Pb), so that it can be used as bio-indicator to determine the water quality. The aim of this research is to know the best wet closed destruction method for the determination of lead metal (Pb) in *ipomoea aquatic* forrsk using Atomic Absorption Spectroscopy (SSA) and to know the content of lead (Pb) at some sampling stations using *ipomoea aquatic* forrsk.

Stage of research includes: determining the sampling stations, taking, preventing and preparing the sample. *Ipomoea aquatic* forrsk sample was as much as 2 gram destructed using microwave and reflux to know best wet closed destruction method. Determination content of lead (Pb) in each *ipomoea aquatic* forrsk sample that was taken at different stations and destructed by using the best wet closed destruction and measured using Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS).

The results of analysis based on measured concentrations indicate that microwave digestion have slightly higher concentration than reflux. The result of analysis with one way ANOVA with error rate of 0,01 and obtained F value of 3,88 and F table of 21,20, meaning that there is no influence between variation of destruction method with content of lead (Pb) in a sample of *ipomoea aquatic* forrsk. The content of lead (Pb) in each *ipomoea aquatic* forrsk that is taken at different stations of I, II, III, IV, V, VI and VII in a row is 0,2183 mg/kg; 0,2923 mg/kg; 0,4483 mg/kg; 0,3305 mg/kg; 2, 6131 mg/kg; 2,9396 mg/kg and 2,8452 mg/kg.

الملخص

بوديانتو، اندري. 2017. تحليل محتوى المعادن (Pb) على اللفت المياه في نهر لستي مالانج مع اختلاف الطريق التدمير الرطب المغلق باستخدام الطيفي الامتصاص الذري (SSA). البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرفة الأولى: إيني يوليانتني، الماجستير المشرف: ريمى، الماجستير المستشارة: رفعة المحمودة، الماجستير

كلمات الرئيسية: نهر لستي، واللفت المياه، والرصاص، تدمير الرطب المغلق

نهر لستي هو واحد من نهر الذى يقع في مالانج الذى يستخدم لأغراض النشاط المحلي وغير المحلي ومع المخلفات المنزلية والزراعية والصناعية، مما أدى إلى انخفاض جودة نهر لستي. اللفت الماء لديه القدرة على المعدني (Pb) بحيث يمكن استخدامه كما المؤشرات الحيوية لتحديد نوعية المياه. يهدف هذا البحث إلى تحديد طريقة التدمير الرطب المغلق الأفضل لتحديد المعدني (Pb) في عينات نبات اللفت المياه باستخدام الطيف الامتصاص الذري (SSA) وتحديد المحتوى المعدني (Pb) في بعض محطات أخذ العينات باستخدام-المؤشرات اللفت المياه

مراحل هذا البحث يشمل: تحديد محطات أخذ العينات، وجمع وحفظ وتخزين و إعداد العينات. ثم العينة اللفت المياه بقدرة 2 غرام تبني باستخدام الميكروويف والجزر لتحديد طريقة الهضم الرطب المغلق الأفضل. تقرير المعدني (Pb) على كل عينات اللفت المياه المأخوذة في المحطات المختلفة تبني باستخدام الهضم الرطب المغلق الأفضل وتقيس باستخدام الطيفي الامتصاص الذري (SSA)

بناء على مضمون الذي قاس الباحث تدل الميكروويف له أكثر المضمون من الريفلوك. وأظهرت نتائج التحليل مع *one way ANOVA* أن طريق التدمير الرطب المغلق الأفضل هو الميكروويف مع نسبة الخطأ 0.01 حصلت ف حساب 3.88 بينما ف جدول 21.20 ، يعني عدم وجود تأثير الاختلاف الطريق التدمير على الاستحواذ المحتوى المعدني (Pb) في عينة اللفت المياه. المحتوى الرصاص المعدني (Pb) على كل عينات اللفت المياه المأخوذة في المحطات المختلفة من محطة I ، II ، III ، IV ، V ، VI و VII على التوالي 0.2183 مغ/كغ. 0.2923 مغ/كغ. 0.4483 مغ/كغ. 0.3305 مغ/كغ. 2.6131 مغ/كغ. 2.9396 مغ/كغ و 2.8452 مغ/كغ

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sub DAS Lesti hulu terletak di Kabupaten Malang merupakan Sub DAS Brantas hulu di mana wilayah tersebut mempunyai permasalahan yang cukup kompleks terhadap terganggunya fungsi produksi dan tata air. Hal ini menjadi perhatian besar karena pemanfaatan Sungai Lesti yang semakin hari semakin beragam seperti keperluan untuk kebutuhan air domestik, nondomestik, perikanan, peternakan, industri dan untuk irigasi seperti pertanian (Prilinda, dkk 2013). Penelitian yang dilakukan oleh Yetti, dkk (2011) yang menganalisa sebagian besar Sungai Brantas di Kabupaten Malang termasuk Sungai Lesti yang merupakan bagian dari Sungai Brantas, dari hasil penelitiannya sebagian besar sungai-sungai di kawasan DAS Brantas Hulu Malang termasuk DAS Lesti tidak lagi memiliki kualitas air yang layak untuk peruntukan perikanan dan pertanian, baik menurut Keputusan Gubernur Jatim No. 413 tahun 1987 maupun Peraturan Pemerintah No. 82 tahun 2001.

Penurunan kualitas sungai tersebut menyebabkan terjadinya perubahan kualitas fisika, kimia, biologi dan estetik sungai tersebut, hal ini mengakibatkan fungsi dari sungai tidak sesuai lagi dengan peruntukannya dalam mendukung kehidupan organisme akuatik yang ada dan juga kebutuhan masyarakat disekitar sungai. Penyebab utama terjadinya permasalahan tersebut adalah adanya pemanfaatan lahan yang tidak sesuai dengan fungsinya dan berbagai aktivitas manusia yang dapat mengakibatkan pencemaran air, seperti pembuangan limbah industri pabrik, limbah pertanian serta limbah rumah tangga ke badan aliran Sungai Lesti.

Tidak bisa dipungkiri bahwa berbagai kerusakan lingkungan hidup yang terjadi sekarang ini sebagian besar bersumber dari perilaku manusia. Kasus-kasus pencemaran dan kerusakan seperti di laut, sungai, hutan, atmosfer, tanah dan seterusnya bersumber dari perilaku manusia yang tidak bertanggung jawab. Allah SWT berfirman dalam surat Ar-Rum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ
يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

Artinya: “Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebahagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).” (Q.S Al-Rum: 41).

Ibnu Abbas R.A mengatakan bahwa yang dimaksudkan dengan al-bahr ialah lautan atau sungai. Ayat di atas menjelaskan bahwa barang siapa yang berbuat durhaka kepada Allah di muka bumi, berarti dia telah berbuat kerusakan di bumi, kerusakan yang dimaksud dapat berupa pencemaran yang terjadi di lautan atau sungai yang diakibatkan oleh tangan manusia yang membuang berbagai macam kotoran berupa limbah ke sungai sehingga Allah akan merasakan kepada manusia akibat dari perbuatan mereka, seperti terputusnya hujan, banjir, longsor dan lain sebagainya.

Salah satu jenis logam berat berbahaya yang dihasilkan dari aktivitas manusia adalah timbal (Pb). Pemilihan timbal (Pb) sendiri didasarkan pada banyaknya berbagai kegiatan yang memanfaatkan unsur timbal (Pb), baik dari segi pertanian, aktivitas rumah tangga maupun dari berbagai industri. Penelitian yang dilakukan difokuskan pada sumber pencemar dari Sungai Lesti Kabupaten Malang, maka dari itu pada penelitian ini diambil tujuh titik yang tiap titik

mewakili sumber pencemar yang berbeda-beda, diantaranya kepadatan penduduk, pertanian hingga jenis industri. Disinyalir dari aktivitas warga tersebut mengandung berbagai logam berat, diantaranya logam berat timbal (Pb).

Kabupaten Malang memiliki beragam jenis industri yang meliputi kawasan industri besar seperti pabrik kertas. Limbah dari pabrik kertas ini berpotensi mengandung logam berat timbal (Pb) sebagai bahan pewarna dimana campuran antara logam Pb + Cr + Mo +Cl sebagai pemberi pewarna (Widowati, 2008). Selain industri di Kabupaten Malang juga memiliki daerah pertanian yang melimpah. Kabupaten Malang memiliki kawasan pertanian seluas 162.441 Ha dan kepadatan penduduk sekitar 2.413.612 jiwa terhitung hingga tahun 2012. Pentingnya sektor pertanian bagi penduduk Indonesia mendorong petani melakukan segala upaya untuk mendapatkan hasil pertanian yang melimpah. Salah satu contohnya adalah penggunaan pupuk anorganik dan pestisida. Penggunaan pupuk anorganik dan pestisida yang berlebih akan menyebabkan terjadinya pencemaran lingkungan terutama pada tanah pertanian (Siaka, dkk 2015).

Selain limbah pertanian dan limbah industri, limbah rumah tangga juga perlu mendapatkan perhatian. Meningkatnya aktivitas manusia di rumah tangga menyebabkan semakin besarnya volume limbah yang dihasilkan dari waktu ke waktu. Menurut Connel dan Miller (1995) bahwa cairan rumah tangga dapat menyumbangkan logam Pb ke perairan. Logam Pb ini berasal dari limbah rumah tangga oleh sampah-sampah metabolik dan korosi pipa air.

Tanaman yang tumbuh di daerah yang tercemar logam berat dapat mengakumulasi logam berat melalui penyerapan dari akar, diikuti pembentukan

senyawa kelat dengan protein yang disebut fitokelatin, kemudian mengumpulkannya ke jaringan tubuh dan mentransportasikannya ke batang, daun dan bagian lainnya. Menurut Priyanto (2007) menjelaskan bahwa pada dasarnya semua jenis akar tanaman air dapat menyerap seluruh substansi dalam air dan sesuatu yang terkandung di dalamnya. Salah satu jenis tanaman air yang berpotensi sebagai tanaman pengakumulasi logam berat adalah kangkung air (*Ipomoea aquatic forrsk*). Hal ini ditunjukkan oleh penelitian yang dilakukan oleh Laili (2016), dimana kangkung air mampu menyerap logam berat timbal sebesar 8,478 mg/kg.

Irfanto (2009) melakukan penelitian pada tanaman kangkung air yang tumbuh di Sungai Lesti Kecamatan Pagak, dari penelitiannya ditemukan kadar logam berat Pb pada akar kangkung berkisar 0,50-1,64 mg/kg, pada batang kangkung berkisar 0,70-1,94 mg/kg, pada daun kangkung berkisar pada 0,96-2,10 mg/kg. Tingginya kadar logam Pb yang diperoleh diakibatkan titik pengambilan sampel berada dekat dengan pabrik kertas. Nasrudin (2015) melakukan penelitian tentang kandungan logam Pb pada tanaman kangkung air dan didapatkan kandungan logam timbal sebesar 0,27-0,71 ppm. Batas maksimum kadar Pb dalam kangkung air sendiri sebesar 0,5 ppm berdasarkan SNI No. 7387: 2009.

Peningkatan kadar logam berat timbal (Pb) diperairan juga dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti faktor-faktor yang berhubungan dengan parameter kimia, diantaranya kandungan nitrat dan fosfat pada perairan sungai. Kandungan nitrat dan fosfat yang tinggi diperairan akan dapat mengakibatkan tingginya kandungan logam timbal pada perairan itu juga. Hal ini mengingat bahwa sumber pencemar dari ketiga unsur tersebut sebagian sama.

Penentuan mineral dalam bahan pangan harus melalui proses destruksi. Destruksi merupakan proses perusakan oksidatif dari bahan organik sebelum penetapan suatu analit anorganik (Dewi, 2012). Dalam pendestruksian hendaknya memilih zat pengoksidasi yang cocok baik untuk logam maupun jenis makanan yang akan dianalisis. Destruksi ada dua yaitu destruksi kering dan destruksi basah. Dalam destruksi basah, bahan organik diuraikan dalam larutan oleh asam pengoksidasi pekat dan panas seperti H_2SO_4 , HNO_3 dan $HClO_4$. Penambahan larutan pengoksidasi tersebut dilakukan untuk mempercepat proses destruksi (Kristianingrum, 2012).

Penggunaan destruksi basah tertutup memberikan hasil yang lebih maksimal dalam penentuan kadar logam berat pada suatu sampel yang dianalisis dibandingkan dengan penggunaan destruksi basah terbuka. Hal ini diakibatkan oleh tidak adanya unsur-unsur volatil yang hilang ketika proses destruksi berlangsung. Destruksi basah tertutup dapat diaplikasikan dengan menggunakan refluks atau microwave. Pemilihan metode destruksi tertutup terbaik dalam penentuan kandungan logam berat timbal (Pb) pada sampel sangatlah penting karena berpengaruh terhadap hasil analisis.

Destruksi basah tertutup dengan menggunakan microwave memakai bejana yang kedap sehingga waktu yang digunakan untuk mendestruksi sampel lebih singkat dan dalam satu kali proses dapat langsung mendestruksi 8 sampai 12 sampel. Sedangkan destruksi basah tertutup dengan refluks dilakukan dengan menggunakan labu alas bulat yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri oleh air dengan temperatur yang tetap harus dikontrol. Destruksi dengan refluks dilakukan selama ± 3 jam hingga larutan jernih.

Penelitian Islam, dkk (2015) mengenai konsentrasi, sumber dan potensi resiko logam berat terhadap kebiasaan mengkonsumsi makanan di Bangladesh menggunakan destruksi basah tertutup microwave dengan zat pengoksidasi 6 mL HNO_3 + 2 mL H_2O_2 , diperoleh kadar Pb pada sayuran sebesar 0,06-3,5 mg/kg. Konsentrasi maksimum logam timbal dalam sayuran yaitu sebesar 0,1 mg/kg menurut FAO/WHO (2004). Sedangkan pada penelitian yang dilakukan oleh Erdayanti (2015) dan Sanra (2015) mengenai analisis kandungan logam timbal pada sayuran menggunakan destruksi basah tertutup refluks dengan pengoksidasi campuran HNO_3 dan H_2O_2 didapatkan kadar logam timbal sebesar 1,6418 mg/kg dan 1,0725 mg/kg.

Proses analisis sampel haruslah memberikan kontaminasi yang serendah mungkin selama preparasi berlangsung. Teknik analisis juga harus sensitif dengan tingkat keakuratan yang tinggi. Dengan mempertimbangkan syarat tersebut, maka metode SSA merupakan metode yang tepat untuk digunakan. Kelebihan metode ini yaitu memiliki sensitifitas tinggi, sederhana, mudah pengoperasiannya, cepat serta cuplikan yang diperlukan relatif sedikit (Supriyanto, dkk, 2007).

Penelitian ini melakukan analisis logam timbal (Pb) pada tanaman kangkung air dengan menggunakan bagian batang dan daun dari tanaman kangkung air. Metode destruksi yang digunakan adalah destruksi tertutup dengan membandingkan refluks dan microwave. Perbandingan metode sendiri dilakukan untuk mengetahui apakah metode terbaik untuk analisis logam timbal dalam tanaman kangkung air. Selanjutnya sampel yang sudah didestruksi dianalisis lebih lanjut dengan menggunakan uji annova dengan tujuan untuk mengetahui apakah ada pengaruh konsentrasi yang didapatkan dengan menggunakan variasi metode

destruksi basah tertutup. Selanjutnya metode destruksi yang memberikan perolehan kadar logam timbal yang lebih tinggi digunakan sebagai aplikasi pada penentuan kadar logam timbal pada sampel tanaman kangkung air tiap stasiun.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas maka dirumuskan permasalahan sebagai berikut:

1. Apakah metode terbaik untuk analisis logam timbal pada kangkung air dengan membandingkan destruksi basah tertutup refluks dan microwave?
2. Bagaimana gambaran kualitas Sungai Lesti pada tiap stasiun dilihat dari kadar timbal (Pb), fosfat dan nitrat dibandingkan dengan baku mutu?

1.3 Tujuan

1. Mengetahui metode destruksi terbaik untuk analisis logam timbal pada kangkung air menggunakan destruksi basah tertutup refluks dan microwave.
2. Mengetahui gambaran kualitas Sungai Lesti dilihat dari kadar timbal (Pb), fosfat dan nitrat yang dibandingkan dengan baku mutu.

1.4 Batasan Masalah

1. Sampel yang digunakan untuk mengetahui kandungan logam timbal (Pb) adalah tanaman kangkung air (*ipomoea aquatic forrsk*) yang didapatkan pada 7 stasiun berbeda.
2. Sampel yang digunakan untuk mengetahui kandungan fosfat dan nitrat adalah air Sungai Lesti yang didapatkan pada 7 stasiun berbeda.
3. Destruksi yang digunakan adalah destruksi basah tertutup menggunakan refluks dan microwave.

4. Bagian kangkung air yang digunakan sebagai sampel untuk destruksi adalah batang dan daun.
5. Zat pengoksidasi yang digunakan adalah campuran antara 6 mL HNO_3 + 2 mL H_2O_2
6. Analisis kadar Pb menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

1.5 Manfaat

1. Mengetahui metode destruksi terbaik dalam analisis timbal secara Spektrofotometri Serapan Atom.
2. Memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air yang tumbuh di sepanjang aliran Sungai Lesti pada 7 stasiun berbeda.
3. Memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan fosfat dan nitrat pada sepanjang aliran Sungai Lesti di 7 stasiun berbeda.
4. Sebagai masukan untuk masyarakat atau pihak yang terkait akan kualitas dari Sungai Lesti sehingga dengan mengetahui kualitas dari Sungai Lesti, masyarakat atau pihak yang terkait dapat menjaga kelestarian Sungai Lesti dengan baik.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Karakteristik Sungai Lesti

Sungai Lesti merupakan salah satu sumber air yang telah lama dimanfaatkan oleh manusia untuk berbagai aktivitas dalam menunjang kehidupan, diantaranya dimanfaatkan untuk kebutuhan air domestik, nondomestik, perikanan, peternakan, industri dan untuk irigasi seperti pertanian (Prilianda, dkk, 2013). Secara administratif Sungai Lesti terletak di Kabupaten Malang dan memiliki luas daerah 18.043 Ha untuk Sub DAS Lesti Hilir sedangkan Sub DAS Lesti hulu seluas 24.612 Ha dan bagian benteng sebesar 11.551 Ha. Total luas seluruh Sub DAS Lesti adalah 58.384 Ha. Sub DAS Lesti hulu terletak di Kabupaten Malang melewati kecamatan Ampelgading, Dampit, Pasurujambe, Poncokusumo, Tirtoyudo, Turen dan Wajak. Sedangkan untuk Sub DAS Lesti bagian hilir yang melewati kecamatan Sumbermanjing Wetan, Turen, Wajak, Bululawang, Gondanglegi, Pagelaran, Gedangan, Bantur dan Pagak (BLH, 2016).

Sungai Lesti merupakan bagian atau Sub DAS dari Sungai Brantas yang terdapat di bagian hulu dan merupakan Sub DAS prioritas, titik pertemuan Sungai Lesti dan Sungai Brantas terletak di Desa Jambegede Kecamatan Pagak tepatnya pada area Waduk Sengguruh. Sungai Lesti telah mengalami perubahan fungsi tata guna lahan menjadi daerah pertanian dan holtikultura baik pada sempadan kanan maupun sempadan kiri aliran sungai. Aktivitas pertanian dan holtikultura seperti penanaman padi, jagung, jabe, serta kacang-kacangan dikelola sendiri oleh petani yang beraktivitas di sekitar aliran Sungai Lesti (BLH, 2016).

2.2 Sumber Pencemar Pb di Perairan Sungai Lesti

2.2.1 Sumber Pencemar Pb dari Aktivitas Rumah Tangga

Meningkatnya aktivitas manusia di rumah tangga menyebabkan semakin besarnya volume limbah yang dihasilkan dari waktu ke waktu. Konsekuensinya adalah beban badan air yang selama ini dijadikan tempat pembuangan limbah rumah tangga menjadi semakin berat, termasuk terganggunya komponen lain seperti saluran air, biota perairan dan sumber air penduduk. Keadaan tersebut menyebabkan terjadinya pencemaran yang banyak menimbulkan kerugian bagi manusia dan lingkungan (Haryoto, 1999).

Tresna (1991) menjelaskan bahwa sumber pencemar yang disebabkan oleh aktivitas manusia dapat dibedakan menjadi dua, yaitu sumber domestik dan nondomestik. Sumber pencemar domestik dapat berasal dari kegiatan sanitasi pemukiman dan institusi yaitu rumah sakit, hotel dan restoran. Beberapa kecamatan di Kabupaten Malang memiliki kepadatan penduduk yang cukup tinggi, diantaranya Bumirejo dengan jumlah penduduk 11.442 jiwa, Jambangan 11.439 jiwa, Srimulyo 14.082 jiwa, Dampit 27.045 jiwa, Gedogwetan 8.303 jiwa, Tawangrejeni 6.977 jiwa, Sananrejo 7.532 jiwa, Talok 9.702 jiwa, Turen 14.090 jiwa. Selain jumlah penduduk, Kabupaten Malang memiliki beberapa fasilitas umum yang berpotensi menyumbangkan limbah ke badan sungai, diantaranya RS Bersalin Dampit, Hotel Dampit, Restoran Dampit, RS Bersalin Turen, RS Swasta Turen, Hotel Turen dan Restoran Turen (BLH, 2016).

Beberapa produk yang setiap harinya digunakan oleh masyarakat ternyata mengandung beban logam timbal, seperti sampo, sabun mandi, aktivitas pencucian kendaraan, pencucian pakaian dan aktivitas memasak. Penelitian yang dilakukan oleh Fadhillah (2016) mengenai kadar timbal dalam sampo, didapatkan

kadar timbal yang cukup tinggi yakni sebesar 2,974-7,383 mg/L. Chauchan, dkk (2010) mengenai kandungan logam berat timbal pada sabun mandi, didapatkan kadar logam timbal pada sabun mandi sebesar 4,63 mg/L. Sorme dan Lagerkvist (2002) yang melakukan penelitian mengenai sumber logam berat pada perkotaan di Stockholm mengungkapkan bahwa sekitar 50% kadar logam timbal dapat berasal dari aktivitas pencucian kendaraan. Mainali, dkk (2007) melakukan penelitian mengenai kadar logam berat pada aktivitas pencucian pakaian ditemukan kadar timbal sebesar 1 mg/L. Kohar, dkk (2005) mengungkapkan bahwa aktivitas memasak kangkung ternyata dapat mengurangi kandungan logam timbal dengan cara perebusan. Kandungan logam timbal pada kangkung ditransfer ke air perebusan yang selanjutnya air tersebut oleh sebagian besar masyarakat dibuang ke badan perairan.

2.2.2 Sumber Pencemar Pb dari Aktivitas Pertanian

Pertanian merupakan sektor utama atau dapat dikatakan pertanian merupakan sumber utama mata pencaharian penduduk Indonesia. Kabupaten Malang memiliki kawasan pertanian seluas 162.441 Ha. Dengan rincian Sawah seluas 2.093 Ha, palawija seluas 2.328 Ha dan perkebunan seluas 1.243, khusus pada daerah Kecamatan Turen (BLH, 2016). Pentingnya sektor pertanian bagi penduduk Indonesia mendorong petani melakukan segala upaya untuk mendapatkan hasil pertanian yang melimpah. Salah satu contohnya adalah penggunaan pupuk anorganik dan pestisida. Pemupukan dan penggunaan pestisida yang berlebihan akan menyebabkan terjadinya pencemaran lingkungan terutama pada tanah pertanian. Penelitian yang dilakukan oleh Siaka, dkk (2015) mengenai kadar logam Pb dan Cd pada tanah pertanian di daerah Denpasar, dari hasil

penelitiannya didapatkan kadar logam timbal sebesar 14,0484-16,1072 mg/kg. Adanya logam Pb di dalam tanah pertanian dapat diakibatkan karena dilakukannya pemupukan terus menerus. Penelitian Jaya, dkk (2014) mengenai kandungan logam timbal pada tanah pertanian didapatkan kandungan logam timbal pada tanah pertanian sebesar 14,162 mg/kg. Tingginya kadar logam timbal pada daerah ini diakibatkan pemupukan yang dilakukan secara terus menerus dan letak lokasi yang berdekatan dengan jalan raya.

Tabel 2.1 Kisaran umum konsentrasi logam timbal pada pupuk, pupuk kandang, kapur dan kompos (mg/kg)

Unsur	Pupuk Fosfat	Pupuk Nitrat	Pupuk Kandang	Kapur	Kompos
Pb	7-225	2-27	1,1-27	20-1250	1,3-2240
Cd	0,1-170	0,05-8,5	0,1-0,8	0,04-0,1	0,01-100
Cr	66-245	3,2-19	1,1-55	10-15	1,8-410

Sumber: Alloway 1995

Pestisida juga memberikan masukan logam berat ke dalam tanah. Serapan pestisida oleh tanaman tergantung pada dosis pemberian pestisida, jenis tanah dan kemampuan tanaman menyerap pestisida (Charlena, 2004). Hasil penelitian Karyadi (2005), tentang akumulasi logam berat Pb sebagai residu pada lahan pertanian, studi kasus pada lahan pertanian bawang merah di Kecamatan Gemuh, Kabupaten Kendal. Berdasarkan hasil pemeriksaan oleh Balai Penelitian dan Pengembangan Industri Semarang, diketahui bahwa pada beberapa pestisida mengandung logam berat Pb yaitu Antracol 70 WP, Dithane M 45 80 WP, Furadan 3G, Goal 240 EC, Bulldog 25 EC, Hostathion 200 EC, dan Profile 430 EC. Kadar Pb yang terendah terdapat pada Goal 240 EC sebesar 0,87 mg/kg dan

kadar Pb yang tertinggi terdapat pada Dithane sebesar 19,37 mg/kg. Indikasi kemungkinan adanya Pb di dalam pestisida diduga berasal dari bahan pestisida sendiri yang mengandung logam berat Pb, karena bahan baku pestisida berasal dari pengeboran minyak bumi.

2.2.3 Sumber Pencemar Pb dari Aktivitas Industri

Kabupaten Malang memiliki beragam jenis industri yang meliputi kawasan industri Singosari-Lawang, Pagak, Wagir, Turen dan lain-lain. Beberapa industri yang berpotensi menghasilkan limbah timbal di Sungai Lesti diantaranya Bunga Sari Tani dengan jenis produksi pupuk alam, UD Jaya Dipa dengan jenis produksi kendaraan bermotor, PT Naga Mas dengan jenis produksi tepung tapioka, PT Pindad dengan jenis produksi amonisi, Sidodadi Jaya dengan jenis produksi bahan kimia, PT Ekamas Fortuna dengan jenis produksi kertas (BLH, 2016).

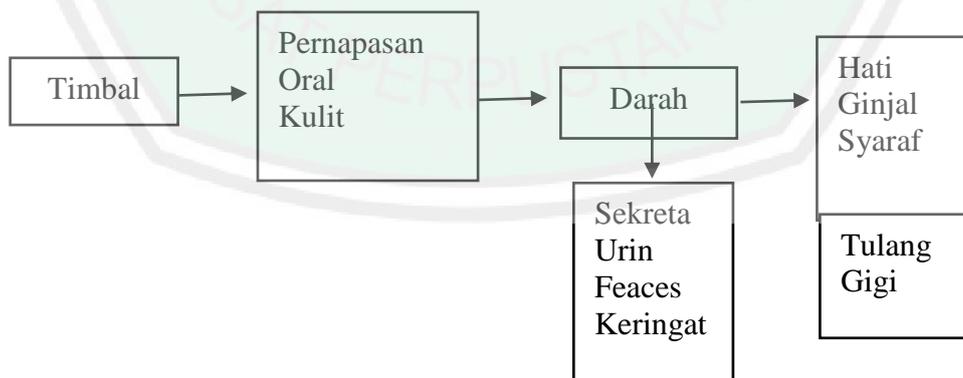
Untuk kawasan industri meliputi industri besar (PT. Ekamas Fortuna) dengan jenis produksi berupa pabrik kertas yang berada di Kecamatan Pagak Kabupaten Malang. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Irfanto (2009) yang menganalisis kadar logam berat timbal di Desa Gampingan Kecamatan Pagak. Kadar logam berat Pb pada air berkisar 0,233-0,779 ppm melebihi ambang batas yang ditetapkan oleh Peraturan Pemerintah No. 82 tahun 2001 untuk golongan III sebesar 0,03 ppm. Kadar logam berat Pb pada akar kangkung berkisar 0,50-1,64 mg/kg, pada batang kangkung berkisar 0,70-1,94 mg/kg, pada daun kangkung berkisar pada 0,96-2,10 mg/kg. Tingginya kadar timbal yang didapatkan diakibatkan pengambilan sampel yang berdekatan dengan pabrik kertas PT. Ekamas Fortuna. Irfanto juga menuturkan hasil wawancara dengan salah satu

karyawan bagian teknisi pengolahan limbah (2009), menjelaskan bahwa buangan akhir air limbah pabrik kertas mengandung air buangan (sludge) yang mengandung Cl, Al, Hg, Pb, Cu, Mn dan bahan organik serta endapan yang tinggi.

2.3 Timbal dan Toksisitas Timbal

Timbal (Pb) merupakan salah satu jenis logam berat. Timbal memiliki titik lebur yang rendah, mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif sehingga biasa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Timbal adalah logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat. Logam ini mempunyai nomor atom 82 dengan berat atom 207,20. Titik didih timbal 1740°C memiliki massa jenis 11,34 g/cm³ (Widowati, 2008). Keracunan yang ditimbulkan oleh persenyawaan logam Pb dapat terjadi karena masuknya persenyawaan logam ke dalam tubuh. Mekanisme masuknya timbal ke dalam tubuh manusia dapat melalui makanan, minuman, udara atau melalui lapisan kulit.

Akumulasi Timbal dalam tubuh manusia dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1 Akumulasi Timbal (Pb) dalam Tubuh Manusia (DepKes, 2001)

Akumulasi timbal pada manusia sekitar 40% dari timbal yang masuk melalui pernapasan, diabsorpsi sampai ke saluran pernapasan. Sekitar 5-10% dari senyawa timbal yang masuk diserap oleh saluran gastrointestinal. Timbal yang masuk melalui makanan, masuk ke saluran cerna dan dapat masuk ke dalam darah. Timbal yang diabsorpsi oleh tubuh akan mengikat gugus aktif dari enzim ALAD (Amino Levulinic Acid Dehidratase), di mana enzim ini berfungsi pada sintesa sel darah merah. Adanya senyawa timbal akan mengganggu kerja enzim ini sehingga sintesa sel darah merah menjadi terganggu (Palar, 1994). Timbal juga akan didistribusikan ke darah, cairan ekstraselular, dan beberapa tempat deposit. Tempat deposit timbal berada di jaringan lunak (hati, ginjal, dan syaraf) dan jaringan mineral (tulang dan gigi). Tulang berfungsi sebagai tempat penyimpanan karena sifat ion Pb^{2+} yang hampir sama dengan Ca^{2+} . Pb^{2+} yang berkumpul dalam skeleton kemungkinan dapat diremobilisasi ke bagian-bagian tubuh lainnya lama setelah absorpsi awal (Fardiaz, 2001). Dari darah dan tempat deposit, timbal kemudian diekskresikan melalui urine, feaces, dan keringat (Riyadina, 1997).

Paparan bahan tercemar timbal (Pb) dapat menyebabkan gangguan sebagai berikut:

1. Gangguan terhadap sistem hemopoitik: keracunan timbal (Pb) dapat menyebabkan terjadinya anemia akibat penurunan sintesis globin walaupun tak tampak adanya penurunan kadar zat besi dalam serum. Anemia ringan yang terjadi disertai dengan sedikit peningkatan kadar ALA (Amino Levulinic Acid) urine (Darmono, 2001).
2. Risiko keracunan timbal (Pb) pada sistem syaraf: sistem syaraf merupakan sistem yang paling sensitif terhadap daya racun. Risiko dari keracunan timbal

dapat menimbulkan kerusakan pada otak. Penyakit - penyakit yang berhubungan dengan otak sebagai akibat dari keracunan timbal adalah epilepsi, halusinasi, kerusakan pada otak besar dan delirium yaitu sejenis penyakit gula (Darmono, 2001).

3. Risiko keracunan timbal (Pb) pada sistem ginjal: senyawa timbal yang terlarut dalam darah dibawa ke seluruh sistem tubuh. Sirkulasi darah masuk ke glomerulus merupakan bagian dari ginjal. Glomerulus merupakan tempat proses pemisahan akhir dari semua bahan yang dibawa darah. Timbal yang terlarut dalam darah akan berpindah ke sistem urinaria (ginjal) sehingga dapat mengakibatkan terjadinya kerusakan pada ginjal (Darmono, 2001).

2.4 Timbal (Pb) Pada Kangkung Air (*Ipomoea Aquatica* Forrsk)



Gambar 2.2 Kangkung Air

Kingdom	: Plantae
Divison	: Spermatophyta
Class	: Dicotyledoneae
Ordo	: Solanales
Famili	: Convolvulaceae
Genus	: Ipomoea
Spesies	: Ipomoea aquatic forrsk

Kangkung air mempunyai akar lebih pendek, berwarna tua dari pada kangkung darat dan tumbuh menjalar dengan percabangan yang cukup banyak. Batang kangkung air berwarna hijau tua kemerah-merahan, ruasnya lebih kecil

dari pada kangkung darat dan berbentuk menjalar di atas permukaan tanah basah atau terapung, kadang-kadang membelit. Daun kangkung air berukuran lebih besar dari pada kangkung darat, berwarna hijau tua dan berbentuk seperti jantung, segitiga, memanjang, bentuk garis atau lanset, rata atau bergigi (Dibiyantoro, 1996).

Kangkung air termasuk salah satu tanaman yang mudah menyerap logam berat dari media tumbuhnya, sehingga banyak dijumpai tanaman kangkung air tumbuh di perairan sungai guna untuk keperluan pertanian atau agen fitoremidasi. Dalam penelitian yang dilakukan oleh Laili (2016) menyatakan bahwa kangkung air dapat menyerap logam timbal sebesar 8,478 mg/kg. Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Kohar, dkk (2005) menyatakan bahwa tanaman kangkung mampu menyerap logam timbal hingga konsentrasi 17,33 mg/kg. Menurut Fitter (1991) Tumbuhan memiliki kemampuan dalam mengakumulasi ion sampai tingkat konsentrasi tertentu, bahkan dapat mencapai beberapa tingkat lebih besar dari konsentrasi ion di dalam. Penyerapan logam berat oleh tanaman dipengaruhi oleh pertumbuhan tanaman dan kondisi lingkungan di sekitarnya. Logam Pb dalam air dapat diserap oleh tanaman melalui akar. Priyanto (2007) juga menjelaskan bahwa salah satu tindakan yang dilakukan oleh tumbuhan dalam penyerapan dan akumulasi logam berat adalah dengan cara translokasi logam dari akar ke bagian tumbuhan lain yaitu organ batang dan daun.

2.5 Destruksi Basah Tertutup

Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis atau disebut juga perombakan, yaitu dari

bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik (Kristianingrum, 2012). Metode destruksi merupakan suatu metode yang sangat penting di dalam menganalisis suatu materi. Metode ini merupakan suatu metode penghancuran atau pelarutan sampel untuk mengubah sampel menjadi bahan yang dapat diukur (Raimon, 1993). Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal dalam ilmu kimia yaitu destruksi basah (oksida basah) dan destruksi kering (oksida kering). Kedua destruksi ini memiliki teknik pengerjaan dan lama pemanasan atau pendestruksian yang berbeda.

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam muffle furnace dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800°C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Untuk menentukan suhu pengabuan dengan sistem ini terlebih dahulu ditinjau jenis logam yang akan dianalisis (Raimon, 1993).

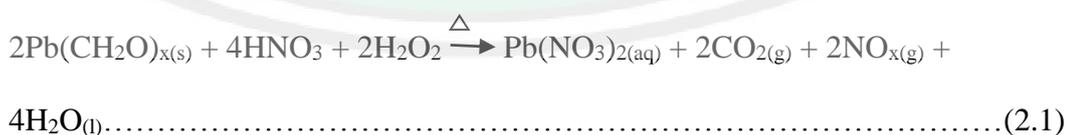
Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Destruksi basah memberikan beberapa keuntungan, diantaranya suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan. Menurut Sumardi (1981), metode destruksi basah lebih baik daripada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Hal ini merupakan salah satu faktor mengapa cara

basah lebih sering digunakan oleh para peneliti. Di samping itu destruksi dengan cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama.

Destruksi basah dilakukan dengan menambahkan larutan asam pekat pada sampel. Larutan asam yang biasa digunakan adalah asam nitrat pekat, asam sulfat pekat dan asam perklorat pekat. Larutan asam dapat digunakan secara tunggal maupun campuran larutan asam (Raimon, 1993). Larutan asam nitrat pekat merupakan asam yang paling efektif dan paling sering digunakan dalam destruksi basah karena dapat memecah sampel menjadi senyawa yang mudah terurai dan larutan asam nitrat pekat sukar menguap. Asam nitrat digunakan sebagai oksidan primer untuk proses dekomposisi bahan organik dan dapat digunakan dengan berbagai teknik pemanasan, seperti dengan menggunakan penangas listrik. (Cristian, 1994).

Asam peroksisida merupakan asam-asam lain yang biasanya digunakan bersamaan dengan asam nitrat. Asam nitrat dan asam peroksisida berfungsi untuk memaksimalkan proses destruksi. Penggunaan H_2O_2 juga dapat mengurangi kandungan karbon pada hasil destruksi. Penambahan H_2O_2 juga berfungsi sebagai agen pengoksidasi yang dapat menyempurnakan reaksi (Kristianingrum, 2012).

Adapun reaksi yang terjadi yaitu (Rifqi, 2015):



H_2O_2 akan terurai pada suhu $100^\circ C$ menjadi H_2O dan O_2 . Molekul air akan bereaksi dengan gas NO_2 membentuk HNO_3 dan HNO_2 . HNO_3 akan mendestruksi bahan organik yang tersisa sedangkan HNO_2 akan terurai menjadi

NO₂ dan NO. Proses ini akan terus berlanjut hingga semua senyawa organik selesai terdestruksi (Wulandari dan Sukesi, 2013).

2.5.1 Destruksi dengan Refluks

Destruksi tertutup menggunakan refluks merupakan destruksi yang umum digunakan untuk destruksi karena didasarkan pada sifat timbal yang mudah menguap pada suhu kamar (Kristianingrum, 2012). Oleh karena adanya kondensor pada refluks berfungsi untuk meminimalisir analit yang hilang akibat penguapan. Prinsip dari metode refluks adalah pelarut volatil yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi, namun akan didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut yang tadinya dalam bentuk uap akan mengembun pada kondensor dan turun lagi ke dalam wadah reaksi, sehingga pelarut akan tetap ada selama reaksi berlangsung (Darmono, 2001).

Metode analisis logam dalam makanan dengan menggunakan refluks dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu destruksi yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri air, sampel didestruksi menggunakan zat pengoksidasi dan dipanaskan pada temperatur 100°C. Kondensor disambungkan kemudian dialiri air mengalir yang berfungsi sebagai pendingin, sehingga uap yang keluar dari tabung akan kembali mengembun masuk kembali ke dalam tabung. Destruksi dilakukan selama 3 jam, kemudian didinginkan dan disaring (Darmono, 2001).

Laili (2016) menganalisis kadar logam timbal pada kangkung dengan menggunakan metode destruksi basah tertutup menggunakan refluks. Metode destruksi basah pada penelitian ini dilakukan dengan menimbang 5 gram sampel tiap bagian yaitu batang dan daun, kemudian ditambahkan zat pengoksidasi.

Setelah itu sampel tersebut dirangkai pada alat refluks dan dipanaskan di atas penangas air pada suhu 100°C. Hasil destruksi kemudian disaring dan diencerkan pada labu ukur 25 mL hingga tanda batas dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M.

2.5.2 Destruksi dengan Microwave

Untuk memperbaiki kelemahan dari metode destruksi asam terbuka, 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).

Destruksi menggunakan microwave merupakan modifikasi dari metode destruksi basah biasa. Metode destruksi ini telah banyak digunakan dalam proses penyiapan sampel sebelum dianalisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Larutan asam ditambahkan ke dalam sampel kemudian didestruksi selama 5 sampai 40 menit. Destruksi dengan microwave menggunakan bejana yang kedap sehingga waktu yang digunakan untuk mendestruksi sampel lebih singkat dan dalam satu kali proses dapat langsung mendestruksi 8 sampai 12 sampel sehingga kerja peneliti menjadi lebih singkat (Anderson, 1999).

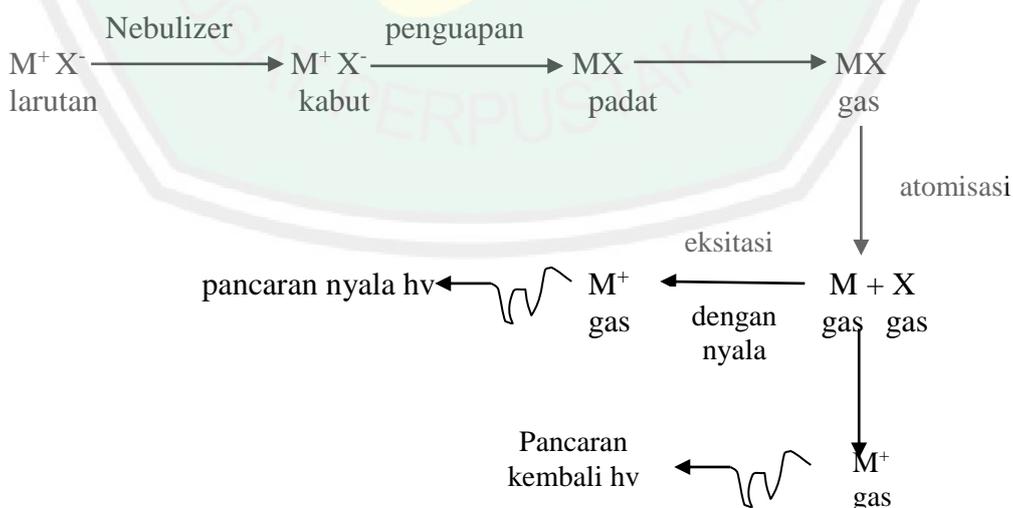
Dewi (2011) menganalisis kandungan logam timbal pada bahan pangan dengan menggunakan microwave digestion dengan cara bahan pangan ditimbang 2,5 gram kemudian dimasukkan ke dalam empat bejana destruksi berbeda.

Larutan asam nitrat sebanyak 9 mL ditambahkan ke dalam masing-masing bejana destruksi. Bejana tersebut dimasukkan ke dalam protection shield, lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. Bejana dimasukkan ke dalam microwave digestion, lalu disambungkan dengan sensor suhu dan dipasang rotor tap plate. Microwave dinyalakan pada suhu 180°C selama 25 menit dengan kekuatan 1000 watt. Setelah proses destruksi selesai, bejana dikeluarkan dan didinginkan sampai suhu kamar.

2.6 Prinsip Analisis Logam Timbal (Pb) Secara Spektroskopi Serapan Atom

Analisis kadar logam berat seperti Pb, Cu dan Cd dapat dilakukan dengan Spektrofotometer Serapan Atom (AAS). Pemilihan metode Spektrofotometer Serapan Atom karena mempunyai sensitifitas tinggi, mudah, murah, sederhana, cepat, dan cuplikan yang dibutuhkan sedikit (Supriyanto, dkk, 2007). Analisis menggunakan AAS juga lebih sensitif, spesifik untuk unsur yang ditentukan dan dapat digunakan untuk penentuan kadar unsur dengan konsentrasinya sangat kecil.

Skema kerja umum dari metode ini adalah sebagai berikut:



Gambar 2.3 Skema umum atomisasi timbal (Pb) dalam SSA (Basset, dkk., 1994)

Secara umum proses atomisasi yang terjadi pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) melalui beberapa tahapan yaitu (Chasten, 2000):

1. Nebulizer mencampur asetilena (bahan bakar) dan oksidan (udara dan dinitrogen oksida), menciptakan tekanan
2. Tekanan tersebut mengakibatkan sampel terserap masuk kedalam ruang nebulizer
3. Glass bead dan mixing paddle didalam chamber menciptakan campuran yang heterogen dari (bahan bakar + oksidan) dan aerosol sampel
4. Campuran akan mengalir langsung ke kepala burner
5. Sampel cair tidak mengalir menuju nyala, melainkan terkumpul di bagian bawah dari nebulizer dan mengalir secara gravitasi menuju tempat pembuangan
6. Nyala memecah analit dan menjadikannya menjadi bentuk atom
7. Kemudian monokromator akan mengisolasi sinar dari analit dan memisahkannya dari sinar lain yang ditimbulkan oleh nyala
8. Detektor akan menentukan intensitas sinar yang keluar dari monokromator dan mengubahnya dalam bentuk energi listrik

Proses yang terjadi ketika dilakukan analisis dengan menggunakan spektrofotometri atom dengan cara absorpsi yaitu penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat dasar. Atom-atom tersebut menyerap radiasi pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat atom tersebut. Sebagai contoh plumbum menyerap radiasi pada panjang gelombang 283,3 nm, cadmium pada 228,8 nm, magnesium pada 285,2 nm, natrium pada 589 nm. Dengan

menyerap energi, maka atom akan memperoleh energi sehingga suatu atom pada keadaan dasar dapat ditingkatkan menjadi ke tingkat eksitasi (Rohman, 2007).

Hukum absorpsi sinar (Lambert-Beer) yang berlaku pada spektrofotometer absorpsi sinar ultra violet, sinar tampak maupun sinar merah, dan juga berlaku pada Spektrometri Serapan Atom (SSA). Hukum Lambert: bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi. Hukum Beer: intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut (Khopkar, 1990).

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$A = - \log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon bc \dots \dots \dots (2.2)$$

Dimana:

I_0 = intensitas sumber sinar

I_t = intensitas sinar yang diteruskan

ϵ = absorbtivitas molar (mol/liter)

b = panjang medium atau tebal nyala (nm)

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar (ppm)

A = absorbansi

$$A = - \log \frac{I_0}{I_t} = - \log T \dots \dots \dots (2.3)$$

Dengan T = transmittan

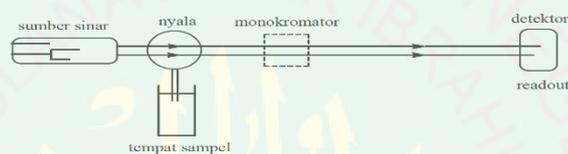
Dari persamaan diatas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day & Underwood, 2002).

Konsentrasi sampel dapat dihitung dengan metode kurva standar. Metode kurva standar diawali dengan pembuatan seri larutan standar dengan berbagai

konsentrasi dan absorbansi yang diukur dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA), yang kemudian diperoleh grafik hubungan antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) yang merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = b. Konsentrasi larutan sampel diukur dan diinterpolasi ke dalam kurva standar atau dimasukkan dengan persamaan regresi linier pada kurva standar (Syahputra, 2004).

2.6.1 Instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom

Adapun instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom adalah sebagai berikut:



Gambar 2.4 Komponen Spektrofotometer Serapan Atom (Gandjar dan Rohman, 2007).

a. Sumber Radiasi

Sumber radiasi yang digunakan adalah lampu katoda berongga. Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda berbentuk silinder berongga yang dilapisi dengan logam tertentu (Rohman, 2007).

b. Tempat Sampel

Dalam analisis dengan spektrofotometer serapan atom, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral yang masih dalam keadaan azas. Ada berbagai macam alat yang digunakan untuk mengubah sampel menjadi uap atom-atomnya, yaitu:

1. Dengan nyala (Flame)

Nyala digunakan untuk mengubah sampel yang berupa cairan menjadi uap atomnya dan untuk proses atomisasi. Suhu yang dapat dicapai oleh nyala tergantung pada gas yang digunakan, misalnya untuk gas asetilen-udara suhunya sebesar 2200°C. Sumber nyala asetilen-udara ini merupakan sumber nyala yang paling banyak digunakan. Pada sumber nyala ini asetilen sebagai bahan pembakar sedangkan udara sebagai bahan pengoksidasi (Rohman, 2007).

2. Tanpa nyala (Flameless)

Pengatoman dilakukan dalam tungku dari grafit. Sejumlah sampel diambil sedikit (hanya beberapa μL), lalu diletakkan dalam tabung grafit, kemudian tabung tersebut dipanaskan dengan sistem listrik dengan cara melewatkan arus listrik pada grafit. Akibat pemanasan ini, maka zat yang akan dianalisis berubah menjadi atom-atom netral dan pada fraksi atom ini dilewatkan suatu sinar yang berasal dari lampu katoda berongga sehingga terjadilah proses penyerapan energi sinar yang memenuhi kaidah analisis kuantitatif (Rohman, 2007).

c. Monokromator

Monokromator merupakan alat untuk memisahkan dan memilih spektrum sesuai dengan panjang gelombang yang digunakan dalam analisis dari sekian banyak spektrum yang dihasilkan lampu katoda berongga (Rohman, 2007).

d. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman (Rohman, 2007).

e. Amplifier

Amplifier merupakan alat untuk memperkuat signal yang diterima dari

detektor sehingga dapat dibaca alat pencatat hasil (Rohman, 2007).

f. Readout

Readout merupakan suatu alat penunjuk atau dapat juga diartikan sebagai pencatat hasil. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau berupa kurva yang menggambarkan absorbansi atau intensitas emisi (Rohman, 2007).

2.7 Parameter Analisa Kualitas Pendukung

2.7.1 Nitrat

Nitrat (NO_3) adalah bentuk utama nitrogen di perairan alami. Nitrogen di air berada dalam bentuk nitrogen molekuler (N_2) atau sebagai garam-garam anorganik seperti nitrat (NO_3^-), nitrit (NO_2^-), amonium (NH_4^+) dan beberapa senyawa nitrogen organik seperti urea dan asam-asam amino. Masuknya nitrat kedalam badan sungai disebabkan run off dari pemberian pupuk, manusia yang membuang kotoran dalam air sungai karena kotoran banyak mengandung ammonia (Alearts, 1987).

Kandungan nitrat di perairan sangat penting dalam menunjang kebutuhan ekosistem perairan. Hal ini terjadi karena nitrat merupakan unsur yang digunakan untuk pertumbuhan fitoplankton. Akan tetapi, apabila kandungan nitrat pada perairan melebihi ambang batas yang sudah ditetapkan tentu akan sangat berbahaya bagi organisme perairan maupun bagi manusia.

Kandungan nitrat yang tinggi dapat menyebabkan kualitas air menurun, menurunkan oksigen terlarut, penurunan populasi ikan, bau busuk, rasa tidak enak. Nitrat yang terkandung dalam air apabila melebihi batas kadar tertentu akan berbahaya bagi manusia karena nitrat dalam tubuh manusia akan direduksi menjadi nitrit yang dapat bereaksi dengan hemoglobin dalam darah sehingga

menyebabkan darah tersebut tidak dapat lagi mengikat oksigen dan dapat menyebabkan kanker (Alearts, 1987). Dalam uji ini dilakukan penentuan kadar nitrat dengan metode elektroda ion selektif. Metode elektroda ion selektif nitrat merupakan salah satu metode analisis elektrokimia yang dapat digunakan untuk analisis kuantitatif penentuan kandungan nitrat dalam air.

Mengingat sumber pencemar logam timbal dapat berasal dari limbah industri serta pemakaian pupuk yang merupakan sumber terbesar kadar nitrat di perairan. Oleh sebab itu, korelasi kandungan nitrat dan logam timbal dalam perairan sungai memiliki korelasi positif, artinya kandungan nitrat yang tinggi akan menyebabkan kandungan logam timbal yang tinggi pula dan sebaliknya.

2.7.2 Fosfat Total

Fosfat merupakan zat hara yang penting bagi pertumbuhan dan metabolisme fitoplankton yang merupakan indikator untuk mengevaluasi kualitas dan tingkat kesuburan perairan. Sumber fosfat di sungai dapat berasal dari hanyutan sampah. Keberadaan fosfat di dalam air akan terurai menjadi senyawa ionisasi antara lain dalam bentuk ion H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , PO_4^{3-} . Sumber antropogenik fosfor adalah dari limbah industri dan limbah domestik, yakni berasal dari deterjen (Effendi, 2003).

Kandungan fosfat di perairan sangat penting dalam menunjang kebutuhan ekosistem perairan. Hal ini terjadi karena fosfat merupakan unsur yang digunakan untuk pertumbuhan fitoplankton. Akan tetapi, apabila kandungan fosfat pada perairan melebihi ambang batas yang sudah ditetapkan tentu akan sangat berbahaya bagi organisme perairan maupun bagi manusia.

Tingginya kadar fosfat pada perairan sungai menjadi perhatian yang besar, sebab tingginya kadar fosfat akan dapat mengakibatkan eutrofikasi. Eutrofikasi merupakan masalah lingkungan hidup yang diakibatkan oleh limbah fosfat, khususnya dalam ekosistem air tawar. Eutrofikasi merupakan sebuah proses alamiah di mana danau mengalami penuaan secara bertahap. Dalam uji ini dilakukan penentuan kadar fosfat total dengan spektrofotometer secara asam askorbat.

Mengingat sumber pencemar logam timbal dapat berasal dari limbah industri serta limbah domestik seperti pemakaian detergen yang merupakan sumber terbesar kadar fosfat di perairan. Oleh sebab itu, korelasi kandungan fosfat dan logam timbal dalam perairan sungai memiliki korelasi positif, artinya kandungan fosfat yang tinggi akan menyebabkan kandungan logam timbal yang tinggi pula dan sebaliknya.

2.8 Uji *One Way Anova*

Analisis varians (*analysis of variance*) atau ANNOVA adalah metode analisis statistika yang termasuk ke dalam cabang statistika inferensi. Uji dalam anova menggunakan uji F karena dipakai untuk pengujian lebih dari 2 sampel. Anova (*Analysis of Variances*) digunakan untuk melakukan analisis komparasi multivariabel. Teknik analisis komparatif dengan menggunakan tes “t” yakni dengan mencari perbedaan yang signifikan dari dua buah *mean* hanya efektif bila jumlah variabelnya dua. Untuk mengatasi hal tersebut ada teknik analisis komparatif yang lebih baik yaitu *Analysis of Variances* atau Anova. Anova satu arah (*one way annova*) digunakan apabila yang akan dianalisis terdiri dari satu

variabel terikat dan satu variabel bebas. Analisis menggunakan uji Anova dapat diperoleh kesimpulan:

1. Apabila H_0 ditolak dan $F_{hitung} > F_{tabel}$, maka faktor tersebut berpengaruh terhadap suatu variabel.
2. Ataupun sebaliknya, apabila H_0 diterima dan $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka faktor tersebut tidak berpengaruh terhadap suatu variabel.

2.9 Pencemaran Lingkungan dalam Perspektif Islam

Allah SWT senantiasa mengingatkan kepada manusia dalam upaya untuk selalu memelihara kelestarian lingkungan dengan tujuan untuk menopang pertumbuhan dan perkembangan ekosistem di lingkungan itu sendiri. Allah SWT berfirman dalam surat Al-A'raf ayat 56 mengenai larangan berbuat kerusakan.

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا وَادْعُوهُ حَوْفًا وَقَطْمَعًا إِنَّ رَحْمَتَ اللَّهِ قَرِيبٌ مِّنَ الْمُحْسِنِينَ ﴿٥٦﴾

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” (QS. Al-A'raf: 56).

Ayat di atas menjelaskan larangan Allah SWT untuk tidak membuat kerusakan di muka bumi. Larangan membuat kerusakan ini mencakup semua bidang. Bumi tempat kita berpijak telah dijadikan oleh Allah SWT dengan sangat baik, dengan adanya gunung-gunung, lembah, daratan, lautan, sungai dan lain-lain yang semuanya itu dijadikan Allah untuk manusia agar dapat diolah dan dimanfaatkan dengan sebaik-baiknya (Abdullah, 2007).

Salah satu upaya pemanfaatan sumber daya alam yang diketahui memiliki kaitan erat dengan proses pengolahan limbah adalah pemanfaatan jenis tanaman air yang banyak tumbuh pada saluran buangan limbah di sekitar aktivitas masyarakat. Salah satu tanaman yang mudah menyerap limbah dari media tumbuhnya yaitu kangkung air. Tanaman ini memiliki daya adaptasi yang cukup luas karena dapat hidup pada berbagai kondisi iklim dan di berbagai habitat. Allah SWT berfirman dalam surat Al-Nahl ayat 11

يُنْبِتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الشَّمْرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَةً
لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ ﴿١١﴾

Artinya: “Dia menumbuhkan bagi kamu dengan air hujan itu tanam-tanaman; zaitun, korma, anggur dan segala macam buah-buahan. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar ada tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang memikirkannya” (QS. Al-Nahl: 11)

Dalam *Tafsir Ibnu Katsir* dijelaskan bahwa makna dari ayat di atas berkaitan dengan kekuasaan Allah yang mampu menurunkan hujan dari langit dan dengan air hujan ini keluarlah tumbuhan-tumbuhan dengan segala perbedaan, macam, rasa, warna, buah, bentuk dan manfaatnya. Peristiwa semacam ini merupakan salah satu tanda kebesaran Allah SWT yang hanya bisa dilihat oleh orang-orang yang berpikir.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April 2017 – Juli 2017 di Laboratorium Penelitian Fakultas Teknik Kimia Politeknik Negeri Malang, Laboratorium Analitik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah experimental laboratory untuk menganalisis kadar timbal dari berbagai sumber pencemar pada kangkung air di Sungai Lesti Kabupaten Malang dengan Spektroskopi Serapan Atom menggunakan variasi destruksi basah tertutup refluks dan microwave.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat instrumentasi Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda timbal (Pb) merk varian spektra AA 240, Microwave merk Sineo MDS 6, kertas saring Whatmann no. 42, neraca analitik, hot plate, seperangkat refluks.

3.3.2 Bahan

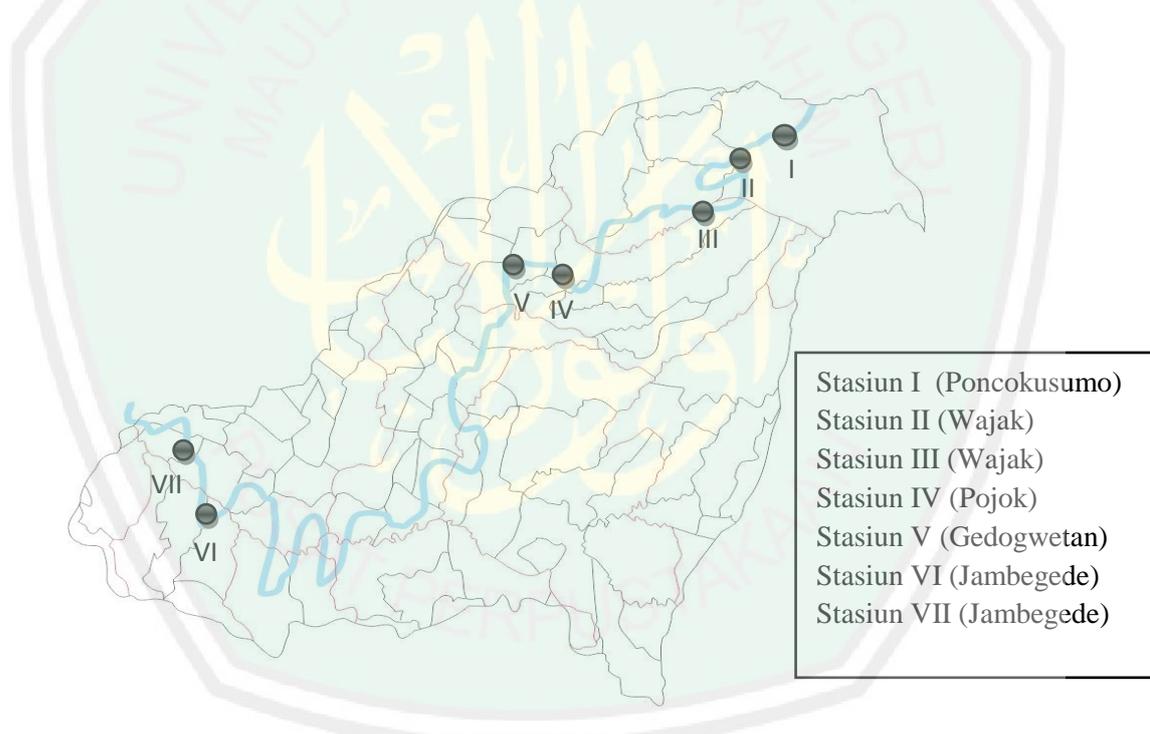
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kangkung air, larutan standar Pb 1000 ppm, HNO₃ 65%(E-merck), H₂O₂ 30% (E-merck), aquabides, aquades.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi penentuan stasiun pengambilan sampel, pengambilan dan pengawetan sampel, preparasi sampel pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom, pembuatan kurva standar Pb, penentuan metode terbaik pada destruksi basah tertutup menggunakan refluks dan microwave, preparasi sampel, penentuan kadar Pb pada sampel tanaman kangkung air menggunakan destruksi basah tertutup terbaik dan analisis data.

3.5 Metode Penelitian

3.5.1 Penentuan Stasiun Pengambilan Sampel



Gambar 3.1 Lokasi Penelitian di Sungai Lesti Kabupaten Malang

Penentuan stasiun pengambilan sampel dilakukan berdasarkan sumber pencemar Sungai Lesti yang dipilih berdasarkan teknik purposive sampling yaitu penentuan pengambilan sampel berdasarkan pertimbangan kondisi serta keadaan

daerah penelitian yang dilakukan pada 7 stasiun berbeda. Pemilihan titik pengambilan sampel didasarkan pada sumber pencemar yang dilakukan oleh warga sekitar aliran Sungai Lesti. Titik yang pertama diambil di Kecamatan Poncokusumo, pengambilan di daerah ini didasarkan dari kondisi awal Sungai Lesti. Titik kedua dan ketiga diambil di Kecamatan Wajak, pengambilan titik di daerah ini berdasarkan sumber pencemar limbah rumah tangga, dengan pengambilan sampel dilakukan pada titik sebelum dan sesudah aliran sungai melewati sumber pencemar limbah rumah tangga. Titik yang keempat dan kelima diambil di daerah Pojok dan Gedogwetan Kecamatan Turen, pengambilan titik di daerah ini didasarkan pada kawasan pertanian yang merupakan aktivitas utama warga, sehingga pada penelitian ini sampling dilakukan sebelum dan sesudah aliran sungai melewati kawasan pertanian. Titik yang keenam dan ketujuh diambil di daerah Jambegede-Gampingan Kecamatan Pagak atau lebih tepatnya di area Waduk Sengguruh. Pengambilan di tempat ini didasarkan pada industri yang dikhawatirkan menyumbang limbah cair yang mengandung logam berat timbal (Pb), maka dari itu titik pengambilan sampel dilakukan sebelum dan sesudah aliran sungai melewati industri.

3.5.2 Pengambilan dan Pengawetan Sampel Tanaman Kangkung Air (*Ipomoea Aquatic* Forrsk)

Proses pengambilan sampel tanaman kangkung air pada tiap stasiun terlebih dahulu dipilih tanaman kangkung air yang sudah dewasa dengan melihat ukuran panjang kangkung air kira-kira 2 meter dan lebar daun dari kangkung itu sendiri kira-kira 5 cm. Peralatan yang digunakan untuk mendukung pengambilan sampel tanaman kangkung air terdiri dari perahu, cutter, tali raffia dan plastik.

Perahu dalam hal ini berguna untuk memudahkan dalam pengambilan sampel tanaman kangkung air dan sampel air sungai khususnya pada stasiun VII. Cutter yang berguna untuk memudahkan dalam pengambilan dan pemotongan sampel tanaman kangkung air. Tali raffia yang berguna untuk mengukur panjang tanaman kangkung air guna untuk mengetahui tingkat kedewasaan dari kangkung air itu sendiri. Plastik yang berguna untuk wadah sampel tanaman kangkung air yang sudah diambil dari Sungai Lesti dengan ditambahkan air sungai supaya tanaman kangkung airnya tidak layu dalam perjalanan menuju ke laboratorium.

Proses selanjutnya adalah pengawetan sampel tanaman kangkung air di laboratorium sebelum dilakukan analisis lebih lanjut. Pada tahap ini tanaman kangkung air terlebih dahulu dibersihkan dengan air kemudian dikeringkan sehingga tidak ada air bekas pencucian yang tersisa pada sampel tanaman kangkung air. Sampel tanaman kangkung air yang sudah dibersihkan dan dikeringkan jika tidak memungkinkan untuk dianalisis langsung maka ditempatkan pada wadah plastik tertutup kemudian dimasukkan ke dalam freezer guna untuk pengawetan sampel sebelum sampel dilakukan analisis lebih lanjut.

3.5.3 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Sederetan larutan standar timbal (Pb) dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 pada kondisi sebagai berikut: alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 meliputi: panjang gelombang timbal (Pb) yang digunakan sebesar 283,3 nm, laju alir asetilen 2,0 L/menit, laju alir udara 10,0 L/menit, lebar cerah 0,5 nm, kuat arus 5 mA (AAS-AA240, 2010).

3.5.4 Pembuatan Kurva Standar Pb

Larutan baku standar $(\text{PbNO}_3)_2$ 10 mg/L dibuat dari larutan stok Pb 1000 mg/L yang dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan HNO_3 0,5 M. Larutan standar Pb 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L, 1,4 mg/L dibuat dengan cara memipet 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL; 7,0 mL larutan baku standar 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas. Selanjutnya dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 283,3 nm sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing larutan standar (Rohman, 2007).

3.5.5 Preparasi Sampel Tanaman Kangkung Air (*Ipomoea Aquatic* Forrsk)

Preparasi sampel dilakukan dengan dicampur bagian batang dan daun tanaman kangkung air tiap stasiun dan ditumbuk dengan menggunakan mortal dan alu. Sampel yang sudah dipreparasi kemudian akan digunakan untuk penentuan metode destruksi basah tertutup terbaik.

3.5.6 Penentuan Metode Destruksi Basah Tertutup Terbaik

Destruksi basah tertutup dengan refuks dilakukan dengan cara menimbang 2 gram sampel tanaman kangkung air yang sudah halus dan dimasukkan dalam labu alas bulat. Selanjutnya didestruksi dengan larutan campuran 6 mL HNO_3 + 2 mL H_2O_2 kemudian kondensor dipasang dan dipanaskan dengan menggunakan suhu 100°C hingga larutan jernih lalu didinginkan. Hasil destruksi refluks yang sudah dingin disaring menggunakan Whatman no 42. Kemudian dilakukan

analisis logam timbal (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 283,3 nm.

Destruksi basah tertutup menggunakan microwave dilakukan dengan cara menimbang 2 gram sampel tanaman kangkung air yang sudah halus dan dimasukkan ke dalam vessel. Kemudian dimasukkan pengoksidasi sesuai dengan method di aplikasi note microwave yaitu untuk sampel sayuran menggunakan reagen 6 mL HNO₃+ 2 mL H₂O₂. Tutup vessel lalu pasang sensor suhu dan tekanan. Klik start (tombol hijau). Tunggu hingga proses digest selesai. Setelah selesai, tunggu hingga suhu tidak panas, sekitar 60 derajat. Buka vessel dari microwave. Dilakukan uji kadar logam timbal (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang Pb sebesar 283,3 nm. Masing-masing metode destruksi tertutup dilakukan tiga kali pengulangan. Percobaan ini bertujuan untuk menentukan metode destruksi basah tertutup terbaik dalam analisis logam timbal (Pb) pada sampel tanaman kangkung air, seperti pada Tabel 3.1 berikut ini:

Tabel 3.1 Pemilihan metode destruksi basah tertutup terbaik untuk logam timbal dalam sampel kangkung air

Destruksi Tertutup	Refluks 6 mL HNO ₃ + 2 mL H ₂ O ₂ (A ₁)							Microwave 6 mL HNO ₃ + 2 mL H ₂ O ₂ (A ₃)						
Sampel	Kangkung Air (<i>Ipomoea Aquatic</i> Forrsk)							Kangkung Air (<i>Ipomoea Aquatic</i> Forrsk)						
Stasiun	1	2	3	4	5	6	7	1	2	3	4	5	6	7
Refresentatif	1 (A ₂)							1 (A ₄)						
Pengulangan 1	A ₁ A ₂							A ₃ A ₄						
Pengulangan 2	A ₁ A ₂							A ₃ A ₄						
Pengulangan 3	A ₁ A ₂							A ₃ A ₄						

3.5.7 Preparasi Sampel Kangkung Air (*Ipomoea Aquatic* Forrsk)

Sampel tanaman kangkung air yang digunakan yaitu bagian batang dan daun. Kemudian dibersihkan guna untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang ada pada saat pengambilan sampel, sampel kangkung air kemudian dipotong kecil-kecil kemudian di haluskan dengan menggunakan mortal dan alu. Sampel tanaman kangkung air kemudian diambil sebanyak 2 gram guna dilakukan analisis lebih lanjut dengan menggunakan destruksi basah tertutup terbaik.

3.5.8 Penentuan Kadar Pb dalam Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup Terbaik

Sampel tanaman kangkung air diambil sebanyak 2 gram kemudian ditambahkan larutan pengoksidasi campuran 6 mL HNO_3 + 2 mL H_2O_2 kemudian didestruksi dengan menggunakan destruksi basah tertutup terbaik. Kemudian dilakukan uji kadar logam timbal (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 283,3 nm. Dilakukan tiga kali pengulangan sampel tanaman kangkung air pada tiap stasiun.

Tabel 3.2 Hasil analisis ulangan sampel tanaman kangkung air menggunakan destruksi basah tertutup terbaik

Stasiun	Ulangan		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Stasiun I			
Stasiun II			
Stasiun III			
Stasiun IV			
Stasiun V			
Stasiun VI			
Stasiun VII			

3.5.9 Pengukuran Parameter Pendukung

3.5.9.1 Nitrat (SNI 06-6989.31-2005)

Larutan contoh masing-masing dipipet sejumlah 25 mL dimasukkan ke dalam beker gelas, pH diatur antara 3-4 dengan ditambah asam sulfat encer bertetes-tetes, kemudian ditambah 5 mL larutan AgCH_3COO , bila terjadi endapan disaring. Filtrat ditampung dalam labu takar 50 mL ditambah 2 mL larutan ISA $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,2 M. Larutan diencerkan hingga batas sehingga larutan ISA mempunyai konsentrasi 0,04M. Larutan yang terjadi diukur potensialnya pada waktu tanggap 5 menit. Konsentrasi ion NO_3^- ditentukan menggunakan kurva kalibrasi standar dikalikan dengan faktor pengenceran.

3.5.9.2 Fosfat (QI/LKI/65, Ion Selective)

Pipet 50 mL contoh uji secara duplo dan masukkan masing-masing ke dalam Erlenmeyer, tambahkan 1 tetes indikator fenolftalin. Jika terbentuk warna merah muda, tambahkan tetes demi tetes asam sulfat 5 N sampai warna hilang, tambahkan 8 mL larutan campuran dan dihomogenkan, masukkan ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, baca dan catat serapannya pada panjang gelombang 880 nm dalam kisaran waktu antara 10-30 menit. Kadar fosfat dapat dihitung dengan rumus perhitungan konsentrasi (C) x faktor pengenceran (fp).

3.10 Analisis Data

Data pembuatan kurva standar memiliki hubungan antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) maka nilai yang diketahui adalah nilai slope dan intersep, kemudian nilai konsentrasi timbal (Pb) dalam sampel dapat diketahui dengan

memasukkan ke dalam persamaan regresi linier dengan menggunakan hukum Lambert Beer sebagai berikut:

$$Y = bx + a \dots\dots\dots(3.1)$$

Dimana:

Y = Absorbansi sampel

x = Konsentrasi sampel

b = *Slope*

a = *Intersep*

Berdasarkan perhitungan regresi linier, maka dapat diketahui kadar logam Pb dengan menggunakan rumus umum, yaitu:

$$\text{Kadar logam} = \frac{V_p \times b}{w} \dots\dots\dots(3.2)$$

Dimana:

V_p = Volume pengenceran (L)

b = Kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

W = Berat contoh (Kg)

Analisis data dilakukan dengan menggunakan metode *one way annova* untuk mengetahui apakah penggunaan variasi metode destruksi basah tertutup mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi Pb dalam tanaman kangkung air dengan kesimpulan sebagai berikut:

1. Jika H_0 ditolak, maka ada pengaruh variasi metode destruksi basah tertutup terhadap kadar logam timbal pada tanaman kangkung air.
2. Jika H_0 diterima, maka tidak ada pengaruh variasi metode destruksi basah tertutup terhadap kadar logam timbal pada tanaman kangkung air.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian yang berjudul analisis kandungan timbal (Pb) pada tanaman kangkung air (*ipomoea aquatic forrsk*) di Sungai Lesti Kabupaten Malang dengan variasi metode destruksi basah tertutup menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini dilakukan dengan beberapa tahapan penelitian seperti: pemilihan serta preparasi sampel, penentuan metode terbaik pada destruksi basah tertutup menggunakan refluks dan microwave, preparasi sampel, penentuan kadar Pb pada sampel tanaman kangkung air menggunakan destruksi basah tertutup terbaik serta penentuan kadar fosfat dan nitrat sebagai parameter pendukung, pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom, pembuatan kurva standar Pb, dan analisis data.

4.1 Proses Pengambilan Sampel Lingkungan

Pemilihan metode pengambilan sampel merupakan salah satu tahapan yang penting dalam sebuah penelitian. Metode tersebut akan mempengaruhi validasi data dan kebenaran kesimpulan yang diambil. Dalam penelitian ini, teknik pengambilan sampel dilakukan berdasarkan teknik purposive sampling yaitu penentuan pengambilan sampel berdasarkan pertimbangan kondisi serta keadaan dari daerah penelitian. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah tanaman kangkung air yang diambil di stasiun yang berbeda-beda.

Proses pengambilan sampel tanaman kangkung air dilakukan pada pagi hari hingga siang hari dalam satu waktu. Pemilihan stasiun pengambilan sampel didasarkan pada sumber pencemar yang dilakukan oleh warga sekitar aliran

Sungai Lesti. Stasiun I diambil di Kecamatan Poncokusumo, pengambilan di stasiun ini didasarkan dari kondisi awal Sungai Lesti. Stasiun II dan III diambil di Kecamatan Wajak, pengambilan titik di daerah ini berdasarkan sumber pencemar limbah rumah tangga, dengan pengambilan sampel dilakukan pada titik sebelum dan sesudah aliran sungai melewati sumber pencemar limbah rumah tangga. Stasiun IV dan V diambil di daerah Pojok dan Gedogwetan Kecamatan Turen, pengambilan di stasiun ini didasarkan pada kawasan pertanian yang merupakan aktivitas utama warga, sehingga pada penelitian ini pengambilan sampel dilakukan sebelum dan sesudah aliran sungai melewati kawasan pertanian. Stasiun VI dan VII diambil di daerah Jambegede-Gampingan Kecamatan Pagak atau lebih tepatnya di daerah Waduk Sengguruh. Pengambilan di stasiun ini didasarkan pada industri pabrik kertas yang dikhawatirkan menyumbang limbah cair yang mengandung logam berat timbal (Pb). Pengambilan sampel tanaman kangkung air (*ipomoea aquatic forrsk*) dan sampel air sungai dimulai pukul 08.30 WIB pada stasiun 1, pukul 09.30 WIB pada stasiun II, pukul 10.30 pada stasiun III, pukul 11.05 WIB pada stasiun IV, pukul 11.50 WIB pada stasiun V, pukul 12.50 WIB pada stasiun VI dan pukul 13.10 WIB pada stasiun VII dengan jarak tempuh tiap stasiun \pm 10 km.

Proses pengambilan sampel tanaman kangkung air pada tiap stasiun terlebih dahulu dipilih tanaman kangkung air yang sudah dewasa dengan melihat ukuran panjang kangkung air kira-kira 2 meter dan lebar daun dari kangkung itu sendiri kira-kira 5 cm. Peralatan yang digunakan untuk mendukung pengambilan sampel tanaman kangkung air terdiri dari perahu, cutter, tali raffia dan plastik. Perahu dalam hal ini berguna untuk memudahkan dalam pengambilan sampel

tanaman kangkung air dan sampel air sungai khususnya pada stasiun VII. Cutter yang berguna untuk memudahkan dalam pengambilan dan pemotongan sampel tanaman kangkung air. Tali raffia yang berguna untuk mengukur panjang tanaman kangkung air guna untuk mengetahui tingkat kedewasaan dari kangkung air itu sendiri. Plastik yang berguna untuk wadah sampel tanaman kangkung air yang sudah diambil dari Sungai Lesti dengan ditambahkan air sungai supaya tanaman kangkung air tidak layu dalam perjalanan menuju ke laboratorium.

Proses selanjutnya adalah pengawetan sampel tanaman kangkung air di laboratorium sebelum dilakukan analisis lebih lanjut. Pada tahap ini tanaman kangkung air terlebih dahulu dibersihkan dengan air kemudian dikeringkan sehingga tidak ada air bekas pencucian yang tersisa pada sampel tanaman kangkung air. Sampel tanaman kangkung air yang sudah dibersihkan dan dikeringkan jika tidak memungkinkan untuk dianalisis langsung maka ditempatkan pada wadah plastik tertutup kemudian dimasukkan ke dalam freezer guna untuk pengawetan sampel sebelum sampel dilakukan analisis lebih lanjut.

Selain sampel tanaman kangkung air, air dari Sungai Lesti juga dilakukan uji parameter kualitas pendukung, diantaranya dengan mengetahui kandungan nitrat dan fosfat pada sampel air Sungai Lesti pada tiap stasiun pengambilan sampel. Hal yang perlu diperhatikan dalam pengambilan sampel air sungai adalah wadah sampel serta proses pengawetan sampel. Wadah yang digunakan dalam pengambilan sampel air sungai ini adalah botol plastik PET (polithylen) dengan melakukan pengasaman terlebih dahulu pada wadah sampel sebelum sampel dimasukkan ke dalam wadah plastik PET, tujuan dilakukan pengasaman adalah untuk meminimalisir terjadinya kehilangan senyawa anorganik yang akan

dianalisis (Alaerts, 1987). Proses teknik pengambilan sampel air sungai juga merupakan hal yang perlu diperhatikan guna untuk mendapatkan kadar nitrat dan fosfat yang maksimal. Pada aliran sungai yang memiliki kedalaman yang tinggi maka dibutuhkan botol yang sudah diikatkan pada kayu guna untuk memudahkan pengambilan sampel air sungai. Pengawetan sampel dilapangan dilakukan dengan memasukkan sampel pada ice box dengan pendinginan $\pm 10^{\circ}\text{C}$ dan sesegera mungkin untuk dilakukan analisis lebih lanjut.

4.2 Preparasi Sampel

Sampel tanaman kangkung air tiap stasiun dicampur menjadi satu bagian diambil batang dan daun kemudian ditumbuk menggunakan mortal dan alu dan ditimbang sebanyak 2 gram menggunakan neraca analitik guna untuk proses destruksi. Tujuan pencampuran dan penggunaan sampel batang dan daun pada tanaman kangkung air adalah untuk mengetahui secara umum kadar logam timbal (Pb) pada daun dan batang tanaman kangkung air yang bagi masyarakat batang dan daun inilah yang biasanya dikonsumsi guna untuk keperluan sayur-sayuran. Sedangkan penumbukan sampel sendiri bertujuan untuk memperbesar luas permukaan sehingga akan lebih mempercepat proses destruksi logam timbal pada sampel tanaman kangkung air. Sampel yang sudah dipreparasi kemudian digunakan untuk penentuan metode destruksi basah tertutup terbaik.

4.3 Penentuan Metode Destruksi Basah Tertutup Terbaik

Penentuan mineral dalam bahan pangan harus melalui proses destruksi. Fungsi destruksi tersebut adalah untuk memutus ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Variasi metode destruksi basah tertutup dalam

penelitian ini bertujuan untuk menentukan metode yang paling efektif dalam analisis logam timbal (Pb) dalam tanaman kangkung air. Penentuan destruksi basah tertutup terbaik dilihat dari kadar terukur yang mempunyai nilai konsentrasi tertinggi dari dua metode destruksi basah tertutup yang digunakan. Penelitian kali ini menggunakan dua metode destruksi basah tertutup, yakni dengan menggunakan microwave dan refluks. Masing-masing metode menggunakan zat pengoksidasi 6 mL HNO₃ + 2 mL H₂O₂.

4.3.1 Metode Destruksi Basah Tertutup Microwave

Penentuan metode destruksi tertutup terbaik dengan menggunakan microwave dilakukan dengan ditimbang 2 gram sampel yang telah dihomogenkan. Sampel dimasukkan kedalam vessel kemudian ditambahkan dengan zat pengoksidasi berupa 6 mL HNO₃ + 2 mL H₂O₂ yang merupakan pengoksidasi yang direkomendasikan untuk sampel dengan jenis sayur-sayuran. Senyawa organik dalam sampel tanaman kangkung air akan mengalami pemutusan ikatan apabila sudah ditambah dengan zat pengoksidasi. Pada penggunaan microwave digestion, komposisi sampel dan pengoksidasi yang digunakan harus sesuai dengan prosedur yang ada. Adanya peningkatan suhu dan tekanan pada sistem dapat mengakibatkan ledakan jika penggunaannya tidak berhati-hati.

Pemanasan dengan gelombang mikro adalah memanaskan sampel secara langsung melalui dua efek, yaitu polarisasi dipolar dan konduksi ion. Mekanisme secara polarisasi dipolar, prinsip dari mekanisme ini adalah terjadinya polarisasi dipolar sebagai akibat adanya interaksi dipol-dipol antara molekul-molekul polar ketika diradiasikan dengan gelombang mikro. Dipol tersebut sangat sensitif terhadap medan listrik yang berasal dari luar sehingga dapat mengakibatkan

terjadinya rotasi pada molekul tersebut sehingga menghasilkan sejumlah energi. Sedangkan mekanisme secara konduksi terjadi pada larutan-larutan yang mengandung ion. Bila suatu larutan yang mengandung partikel bermuatan atau ion diberikan suatu medan listrik maka ion-ion tersebut akan bergerak. Pergerakan tersebut akan mengakibatkan peningkatan kecepatan terjadinya tumbukan sehingga akan mengubah energi kinetik menjadi energi kalor (Lidstrom, 2001).

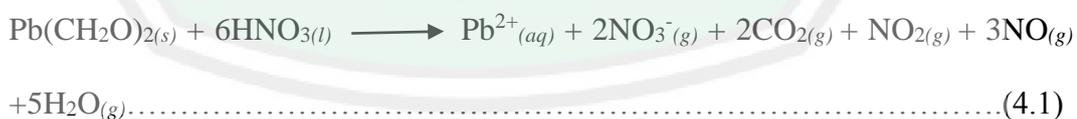
Destruksi pada sistem tertutup khususnya penggunaan microwave memungkinkan penggunaan suhu yang tinggi, tekanan dan tingkat dekomposisi matriks yang tinggi. Pada penelitian ini digunakan suhu 130, 150, 180°C, untuk meningkatkan suhu sistem menjadi 130°C maka dibutuhkan waktu ± 10 menit dengan tekanan sebesar 0,1 mpa. Peningkatan suhu dari 130°C menjadi 150°C dibutuhkan waktu ± 5 menit dengan tekanan sebesar 0,2 mpa. Peningkatan suhu dari 150°C menjadi 180°C dibutuhkan waktu ± 10 menit dengan tekanan mencapai 0,7 mpa. Peningkatan suhu masuk melalui dinding vessel sebelum mencapai ke sampel uji. Cepat lambatnya pemanasan dari conductive heating (sumber pemanas) tergantung dari vessel itu sendiri. Adanya penyaluran gelombang mikro dari rotating diffuser, peningkatan suhu dan ditambah dengan pemberian tekanan pada sampel uji membuat dekomposisi bahan organik menjadi cepat larut. Setelah proses digestion dan pemanasan selesai, suhu sistem akan didinginkan dengan menggunakan enhanced air cooling yang dilengkapi dengan kit yang berbasis adapter yang berfungsi untuk mengarahkan aliran udara ke dalam sistem sehingga memberikan pendingin udara setelah proses destruksi selesai. Penentuan metode destruksi basah tertutup terbaik dengan menggunakan

microwave pada sampel tanaman kangkung air dianalisis sebanyak 3 kali pengulangan.

4.3.2 Metode Destruksi Basah Tertutup Refluks

Destruksi refluks memiliki prinsip perombakan senyawa organik dalam sampel dengan menggunakan bantuan zat pengoksidasi dan pemanasan pada suhu tertentu. Kelebihan dari metode ini yakni meminimalisir kehilangan analit berupa logam yang volatil, sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Kartikasari (2016) yang melakukan analisis kadar logam Pb dalam apel menggunakan metode refluks untuk menghindari hilangnya unsur Pb saat dilakukan destruksi.

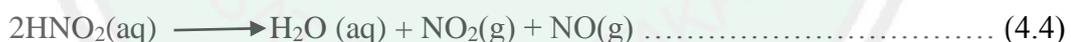
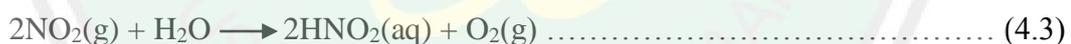
Penentuan metode destruksi tertutup terbaik dengan menggunakan refluks dilakukan dengan ditimbang 2 gram sampel yang telah dihomogenkan. Sampel dimasukkan kedalam labu bulat kemudian ditambahkan dengan zat pengoksidasi berupa 6 mL HNO₃ + 2 mL H₂O₂. Asam nitrat merupakan zat pengoksidasi yang umum digunakan karena sifat asamnya yang kuat dan dapat melarutkan logam timbal (Pb). Dalam keadaan panas, asam nitrat akan mengoksidasi logam sehingga logam dapat larut sempurna. Adapun reaksi logam timbal dan asam nitrat, sebagai berikut:



Persamaan 4.1 dengan memisalkan senyawa organik dalam sampel tanaman kangkung air dengan (CHO)_x, yang selanjutnya didekomposisi oleh HNO₃ menghasilkan CO₂ dan NO, gas ini dapat meningkatkan tekanan pada proses destruksi. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, logam

timbal (Pb) yang diteliti akan terlepas dari ikatannya dengan senyawa organik dalam sampel, kemudian diubah ke dalam bentuk garamnya menjadi $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang mudah larut dalam air. Titik didih dari logam timbal (Pb) sebesar 1740°C , maka dengan pemanasan pada suhu 100°C bisa dipastikan bahwa logam timbal (Pb) masih terdapat dalam sampel. Logam timbal (Pb) yang telah membentuk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ selanjutnya terurai menjadi Pb^{2+} dan 2NO_3^- , dalam keadaan Pb^{2+} inilah logam timbal (Pb) dalam sampel tanaman kangkung air dapat terdeteksi dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Penggunaan asam nitrat dengan peroksida berfungsi untuk memaksimalkan proses destruksi. Asam peroksida akan terurai pada suhu 100°C menjadi H_2O dan O_2 . Molekul air akan bereaksi dengan gas NO_2 membentuk HNO_3 dan HNO_2 . HNO_3 akan mendestruksi bahan organik yang tersisa. Sedangkan HNO_2 akan terurai menjadi NO_2 dan NO . Proses ini akan terus berlanjut sampai semua senyawa organik selesai terdestruksi (Wulandari dan Sukei, 2013). Adapun reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

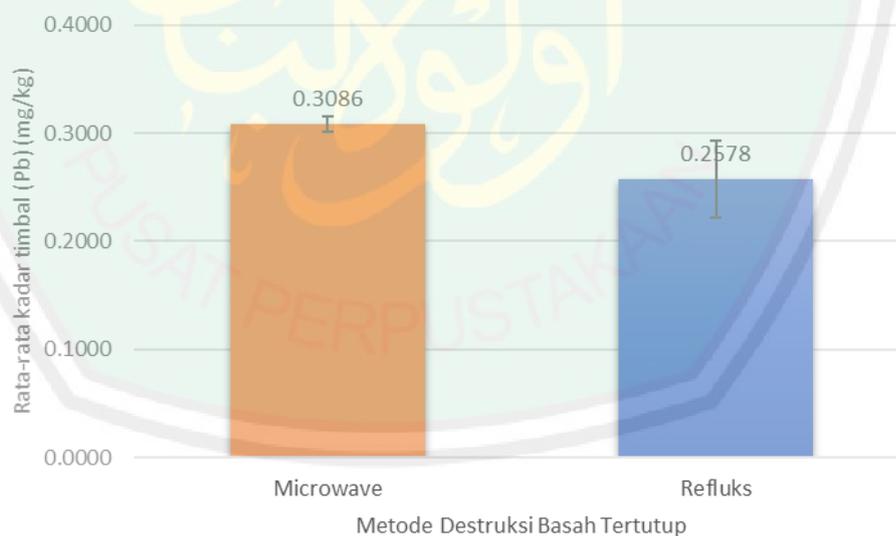


Perubahan warna yang terjadi pada sampel menjadi kuning jernih terjadi saat proses destruksi berlangsung. Gelembung gas NO_2 disekitar labu alas bulat yang keluar mengindikasikan adanya proses oksidasi sampel yang disebabkan oleh pemanasan. Sistem dalam labu alas bulat mengalami rekasi dimana sistem melepaskan kalor ke lingkungannya. Kalor yang lepas akan diterima dan

didinginkan oleh kondensor. Sistem dalam kondensor tersebut mengalami reaksi endotermis, dimana sistem menerima kalor dari lingkungannya.

Proses destruksi dihentikan apabila diperoleh larutan yang jernih, yang mengindikasikan bahwa ikatan logam dalam sampel telah terputus, sehingga diperoleh analit berupa Pb ionik (Kristianingrum, 2012). Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, senyawa organik dalam sampel yang berikatan dengan logam timbal (Pb) akan terlepas, kemudian diubah dalam bentuk garamnya menjadi logam-logam $(NO_3)_x$ yang mudah larut dalam air. Penentuan metode destruksi basah tertutup terbaik dengan menggunakan refluks pada sampel tanaman kangkung air dianalisis sebanyak 3 kali pengulangan.

Hasil rata-rata metode destruksi basah tertutup dalam penentuan kadar timbal (Pb) pada sampel tanaman kangkung air ditunjukkan pada Gambar 4.1



Gambar 4.1 Grafik Penentuan Destruksi Basah Tertutup Terbaik

Gambar 4.1 diatas menunjukkan bahwa destruksi basah tertutup dengan menggunakan microwave mempunyai kurva yang sedikit lebih tinggi

dibandingkan dengan destruksi basah tertutup dengan menggunakan refluks. Hal ini dikarenakan tidak adanya unsur-unsur volatil yang hilang disebabkan proses destruksi berlangsung dalam wadah tertutup. Adanya gelombang mikro dan tekanan pada penggunaan microwave mengakibatkan logam cepat larut walaupun proses destruksi hanya berlangsung sekitar 25 menit. Beberapa keuntungan menggunakan microwave diantaranya waktu pengerjaannya singkat, pengaturan sensor suhu dan tekanan dilakukan secara otomatis, dapat mencegah terjadinya kehilangan unsur yang mudah menguap, kerja laboratorium dapat ditingkatkan karena dengan menggunakan microwave tidak ada asap asam yang dihasilkan dan tidak ada kontaminasi sampel dengan lingkungan sehingga mengakibatkan kualitas destruksinya tinggi.

Untuk menentukan ada tidaknya pengaruh variasi metode destruksi terhadap perolehan kadar logam timbal (Pb) maka digunakan analisis secara statistik. Data yang diperoleh kemudian dianalisis dengan one way annova. Uji statistik dengan one way anova menggunakan taraf signifikansi sebesar 99%. Kemudian dilakukan pengujian hipotesis:

1. $H_0 = 0$, berarti tidak ada pengaruh antara variasi metode destruksi basah tertutup terhadap perolehan kadar logam timbal.
2. $H_1 \neq 0$, berarti ada pengaruh antara variasi metode destruksi basah tertutup terhadap perolehan kadar logam timbal.

Penentuan H_0 atau H_1 yang diterima maka aturan yang harus diikuti adalah sebagai berikut:

1. Jika nilai F hitung $>$ nilai F tabel, maka H_0 ditolak.
2. Jika nilai F hitung $<$ nilai F tabel, maka H_0 diterima.

Tabel 4.1 Hasil uji one way anova pengaruh variasi metode destruksi terhadap perolehan kadar logam timbal dalam sampel tanaman kangkung air

Source	DF	SS	MS	F hitung	F tabel
Metode destruksi	1	0.003871	0.003871	3.88	21.20
Error	4	0.003990	0.000997		
Total	5	0.007861			

Keterangan: DF = derajat kebebasan; SS= Sum of Square; MS= Mean Square

Berdasarkan Tabel 4.1 dengan menggunakan tingkat kesalahan 0,01 maka diperoleh F hitung sebesar 3,88 sedangkan nilai dari F tabel sebesar 21,20. Nilai F hitung (3,88) < F tabel (21,20), maka H_0 diterima. Artinya, tidak terdapat pengaruh antara variasi metode destruksi basah tertutup terhadap perolehan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel tanaman kangkung air. Melaku, dkk (2005) melakukan penelitian terkait perbedaan analisis menggunakan microwave digestion dan refluks. Berdasarkan tingkat validasi, microwave memiliki tingkat % recovery sebesar 84-118% lebih tinggi dibandingkan dengan refluks yaitu sebesar 84-103%. Berdasarkan CRM (konsentrasi terukur mg/kg) baik microwave ataupun refluks berada dalam batas kepercayaan 95%, yang artinya tidak ada perbedaan yang signifikan antara microwave digestion dengan refluks. Hal ini menandakan bahwa penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel tanaman kangkung air menggunakan metode destruksi microwave dan refluks merupakan metode yang paling direkomendasikan. Tetapi pada penelitian ini, kadar logam timbal (Pb) pada tanaman kangkung air yang didestruksi dengan menggunakan microwave memberikan hasil perolehan kadar logam timbal (Pb) yang sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan penggunaan refluks. Hal ini tidak terlepas dari kelebihan penggunaan microwave ketika analisis logam.

4.4 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Tanaman Kangkung Air Menggunakan Destruksi Basah Microwave Serta Penentuan Kadar Fosfat dan Nitrat Sebagai Parameter Pendukung

Sampel tanaman kangkung air tiap stasiun diambil batang dan daun kemudian ditumbuk dan ditimbang sebanyak 2 gram menggunakan neraca analitik guna untuk proses destruksi. Preparasi sampel dilakukan dengan dipilih bagian batang dan daun tanaman kangkung air dan ditumbuk dengan menggunakan mortal dan alu. Penentuan kadar fosfat dan nitrat pada sampel air Sungai Lesti tiap stasiun yang sudah diberi perlakuan pengasaman dan pengawetan terlebih dahulu diambil beberapa mL sebagai larutan bahan uji. Hasil rata-rata kandungan timbal pada tanaman kangkung air serta kandungan fosfat dan nitrat pada air Sungai Lesti pada masing-masing stasiun ditunjukkan pada Gambar 4.2



Gambar 4.2 Rata-rata kadar timbal, fosfat dan nitrat pada tiap stasiun

Nilai ambang batas kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air menurut Standar Nasional Indonesia (SNI) Tahun 2009 dan Peraturan Kepala

BPOM Tahun 2014 adalah sebesar 0,5 mg/kg. Sedangkan nilai ambang batas untuk kandungan fosfat dalam perairan sungai menurut Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001 sebesar 0,2 ppm dan kandungan nitrat sebesar 10 ppm.

Tabel 4.2 Kandungan logam berat timbal pada tanaman kangkung air dan kandungan nitrat dan fosfat pada air Sungai Lesti tiap stasiun

No	Stasiun Pengambilan Sampel	Konsentrasi Logam Timbal pada Tanaman Kangkung Air (ppm)	Konsentrasi Nitrat di Sungai Lesti (ppm)	Konsentrasi Fosfat di Sungai Lesti (ppm)
1	Stasiun I	0,2183 ± 0,0063	9,5	0,403
2	Stasiun II	0,2923 ± 0,0506	8,997	0,428
3	Stasiun III	0,4483 ± 0,0564	9,345	0,454
4	Stasiun IV	0,3305 ± 0,0403	4,116	0,082
5	Stasiun V	2,6131 ± 0,0991	12,158	0,201
6	Stasiun VI	2,9396 ± 0,0924	13,33	0,564
7	Stasiun VII	2,8452 ± 0,0319	15,37	1,35

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa rata-rata kadar logam timbal pada masing-masing sampel yang diambil di stasiun yang berbeda ternyata tidak sama. Menurut Happy (2012) ada beberapa faktor yang menyebabkan perbedaan kandungan logam timbal (Pb) pada tiap stasiun yaitu kemampuan dari tiap tanaman kangkung air untuk menyerap logam timbal, kadar logam timbal di perairan dan sumber pencemar yang masuk ke perairan. Sedangkan untuk keberadaan unsur fosfat dan nitrat di perairan dapat dipengaruhi oleh sumber pencemar yang masuk ke perairan dan lingkungan maupun iklim di daerah tempat pengambilan sampel.

Gambar 4.2 di atas terlihat bahwa terjadi kenaikan kadar logam timbal dan fosfat sedangkan untuk kandungan nitrat cenderung sama pada stasiun I, II dan III. Kenaikan kadar logam timbal, fosfat dan nitrat diikuti oleh tingginya aktivitas masyarakat dalam hal ini adalah aktivitas di rumah tangga, pasar, pertambangan pasir hingga keberadaan Gunung Semeru yang merupakan sumber utama Sungai Lesti. Hal ini mengakibatkan stasiun I, II dan III memiliki nilai di atas ambang batas yaitu 0,2 ppm untuk kandungan fosfat di perairan Sungai Lesti. Sedangkan kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air di stasiun I, II dan III berada di bawah ambang batas yakni sebesar 0,5 ppm dan kandungan nitrat di perairan Sungai Lesti berada dibawah ambang batas yang sudah ditetapkan yaitu sebesar 10 ppm.

Aktivitas pegunungan yang terdiri dari berbagai macam bebatuan ternyata mengandung berbagai macam logam berat, salah satunya logam berat timbal (Pb). Charlena (2004) mengungkapkan bahwa sekitar 3-6 ppm kadar logam timbal berasal dari batu basalt yang merupakan bebatuan yang berbentuk lava. 18-24 ppm kadar logam timbal dapat berasal dari batu granit yang memiliki warna beraneka ragam. Data tersebut kemudian didukung dengan penelitian yang dilakukan oleh Firmansyah, dkk (2012) yang mengkaji terkait kadar logam timbal di mata air pegunungan, didapatkan kadar logam timbal sebesar 0,56 ppm.

Adapun aktivitas rumah tangga yang berpotensi menyumbangkan kadar logam timbal ke perairan diantaranya adalah pemakaian sampo, sabun, pencucian pakaian dan kendaraan, sampah-sampah serta korosi saluran pipa air. Fadhillah (2016) melakukan analisis mengenai kadar timbal dalam sampo, didapatkan kadar timbal yang cukup tinggi yakni sebesar 2,974-7,383 mg/L. Sorme dan Lagerkvist

(2002) yang melakukan penelitian mengenai sumber logam berat pada perkotaan di Stockholm mengungkapkan bahwa sekitar 50% kadar logam timbal dapat berasal dari aktivitas pencucian kendaraan. Selain itu dari aktivitas mencuci pun dapat ditemukan logam timbal, seperti dalam penelitian yang dilakukan oleh Mainali, dkk (2007) mengenai kadar logam berat pada aktivitas pencucian pakaian ditemukan kadar timbal sebesar 1 mg/L. Sedangkan Connel dan Miller (1995) mengatakan bahwa cairan rumah tangga dapat menyumbangkan logam Pb ke perairan. Logam Pb ini berasal dari limbah rumah tangga oleh sampah-sampah metabolik dan korosi pipa air.

Selain aktivitas rumah tangga, kegiatan pertambangan pasir dan keberadaan pasar tradisional Wajak perlu ditelusuri keberadaan logam berat timbalnya. Charlena (2004) mengungkapkan bahwa sekitar 10-12 ppm kadar logam timbal berasal dari pasir. Keberadaan aktivitas pertambangan pasir yang dilakukan di Sungai Lesti tidak menutup kemungkinan adanya sumbangsih logam timbal yang berasal dari aktivitas tersebut. Keberadaan pasar tradisional Wajak yang letaknya tepat di samping aliran Sungai Lesti pada stasiun II menuju stasiun III juga perlu diperhatikan sumbangsih sumber logam timbal. Adanya limbah cair berupa pencucian sayur-sayuran dan berbagai jenis macam ikan maupun limbah padat yang berupa sampah-sampah plastik dan kertas menyebabkan keberadaan logam timbal (Pb) diperairan.

Adapun sumber pengkayaan fosfat dapat berasal dari limbah domestik masyarakat. Menurut WHO & European Commission (2002), pengkayaan fosfor terutama berasal dari limbah rumah tangga dan industri, termasuk detergen berbahan dasar fosfor. Sedangkan keberadaan nitrat pada stasiun I, II dan III ini

dapat berasal dari berbagai macam kotoran, baik kotoran hewan maupun manusia, karena seperti diketahui kotoran sendiri banyak mengandung ammonia yang merupakan bentuk nitrogen diperairan. Selain itu, dapat berasal dari pembusukan sisa tanaman maupun hewan.

Keberadaan logam timbal, fosfat dan nitrat dalam air sungai dapat berubah-ubah tergantung lingkungan dan iklimnya. Akan tetapi, kandungan logam timbal dalam organisme air biasanya akan selalu bertambah dari waktu ke waktu atau dari satu stasiun ke stasiun yang lain karena sifat dari logam yang bioakumulatif pada jaringan hidup. Hal ini berarti bahwa semakin tingginya kadar logam timbal di perairan Sungai Lesti membuat kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air juga akan semakin tinggi.

Gambar 4.2 menunjukkan kenaikan yang cukup tinggi pada stasiun IV menuju stasiun V. Kenaikan kadar logam timbal pada tanaman kangkung air ini dapat diakibatkan dari aktivitas masyarakat diantaranya pertanahan dan aktivitas pemakaian kendaraan. Pada sepanjang aliran sungai di stasiun IV menuju stasiun V akan banyak ditemukan pada sempadan kiri dan kanan aktivitas pertanian yang dilakukan oleh masyarakat setempat. Terdapatnya aktivitas pertanian yang tinggi yang dilakukan oleh masyarakat setempat tentu menjadi perhatian besar, sebab dengan meningkatnya aktivitas pertanian mengakibatkan semakin tingginya kebutuhan pupuk maupun pestisida yang diperlukan. Semakin meningkatnya kebutuhan pupuk dan pestisida maka tidak menutup kemungkinan akan semakin tingginya kadar logam timbal (Pb) yang akan ditemukan, baik pada tanah pertanian, tanaman yang tumbuh disekitar area pemupukan maupun pada sepanjang aliran sungai yang melewati aktivitas pertanian tersebut.

Aktivitas pemupukan yang dilakukan secara terus-menerus akan berdampak pada meningkatnya kandungan organik pada tanah basah yang juga meningkatkan kapasitas tukar kation (KTK) tanah tersebut. Meningkatnya KTK pada tanah akan menyebabkan meningkatnya nilai pH dari tanah tersebut. Kenaikan pH tanah akan dapat mengakibatkan kandungan logam timbal pada tanah pertanian meningkat yang selanjutnya akan dibawa ke aliran sungai oleh air tanah (Darmono, 2001).

Alloway (1995) menjelaskan bahwa penggunaan pupuk fosfat dan pupuk kandang secara berlebihan dapat mengakibatkan kandungan logam timbal sebesar 7-225 ppm dan 1-27 ppm. Pestisida juga memberikan masukan logam berat ke dalam tanah. Serapan pestisida oleh tanaman tergantung pada dosis pemberian pestisida, jenis tanah, dan kemampuan tanaman menyerap pestisida. Penelitian yang dilakukan oleh Siaka, dkk (2015) mengenai keberadaan logam berat timbal pada tanah pertanian, didapatkan kadar logam timbal pada tanah pertanian sebesar 14,0484-16,1072 mg/kg.

Selain pertanian, adanya logam Pb dalam tanaman kangkung air dapat disebabkan oleh tingginya aktivitas transportasi kendaraan di jalan raya sekitar lokasi pengambilan sampel di stasiun V. Penggunaan aktivitas kendaraan menghasilkan gas buangan yang mengandung bahan pencemar logam Pb. Logam Pb di udara dapat turun hingga akhirnya terakumulasi ke tanaman kangkung air melalui pengkristalan Pb di udara dengan bantuan air hujan.

Selain limbah pertanian dapat menyumbangkan logam timbal ke perairan maupun ke tanaman air, limbah pertanian juga memberikan sumbangsih terhadap keberadaan unsur fosfat dan nitrat di perairan sungai. Menurut Morse, et al (1993)

fosfat dapat berasal dari 16 persen penggunaan pupuk pertanian, 34 persen limbah peternakan dan 50 persen total fosfat berasal dari limbah pertanian. Baldock, et al (1996) mengungkapkan bahwa sekitar 55 persen keberadaan unsur fosfat di sungai berasal dari limbah pertanian.

Dalam air alam konsentrasi nitrat biasanya kurang dari 1 mg/L, sumber buatan manusia menjadikan naik di atas 3 mg/L. Masuknya nitrat kedalam badan sungai disebabkan run off dari pemberian pupuk. Menurut WHO & European Commission (2002), sumber utama pengkayaan nitrogen adalah run-off yang berasal dari lahan pertanian. Kemungkinan lain penyebab konsentrasi nitrat tinggi ialah pembusukan sisa tanaman dan hewan. Nitrogen terdapat juga dalam bentuk molekul-molekul protein pada organisme yang telah mati kemudian diuraikan menjadi bentuk-bentuk anorganik oleh serangkaian organisme pengurai terutama bakteri pembusuk nitrat (Koesoebiono, 1980).

Tingginya kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air maupun kandungan fosfat dan nitrat di perairan Sungai Lesti pada stasiun V mengakibatkan kadar timbal (Pb) pada tanaman kangkung air memiliki nilai di atas ambang batas yaitu 0,5 mg/kg. Selain kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air, kandungan fosfat dan nitrat di perairan Sungai Lesti memiliki nilai di atas ambang yaitu sebesar 10 ppm untuk kandungan nitrat dan 0,2 ppm untuk kandungan fosfat di perairan.

Gambar 4.2 menunjukkan pada stasiun VI dan VII didapatkan kandungan logam timbal, fosfat dan nitrat yang cukup tinggi. Tingginya kandungan logam timbal pada stasiun VI dan VII tidak terlepas dari keberadaan industri pabrik kertas, pertanian dan Sungai Brantas. Stasiun pengambilan sampel tanaman

kangkung air yang terletak di Waduk Sengguruh yang merupakan tempat bertemunya aliran Sungai Lesti dengan Sungai Brantas yang juga bertepatan dengan aktivitas industri pabrik kertas dan pertanian yang dilakukan oleh warga sekitar.

Keberadaan Sungai Brantas pada stasiun VI dan VII ini dapat menjadi pertimbangan tingginya kandungan logam timbal pada sampel tanaman kangkung air. Priyatna, dkk (2016) yang melakukan analisis pada air Sungai Brantas dan didapatkan kadar logam timbal sekitar 0,05 ppm. Selain keberadaan Sungai Brantas, tingginya kadar logam timbal pada stasiun VII disinyalir disebabkan oleh adanya buangan limbah dari pabrik kertas.

Pabrik kertas di desa Gampingan kabupaten Malang berdiri sejak tahun 1995 yang merupakan cabang dari pabrik kertas PT Tjiwi Kimia Tbk, dengan waktu berdiri yang cukup lama tidak menutup kemungkinan terjadinya pengkroposan alat-alat baik berupa tangka aerasi maupun saluran pipa air. Penggunaan bahan kimia dalam proses pressing dan sebagai bahan utama dimana campuran antara Pb+Cr+Mo dan Cl sebagai pewarna, tidak menutup kemungkinan adanya logam timbal maupun bahan organik lainnya seperti fosfat maupun nitrat. Hasil wawancara Irfanto (2009) dengan salah satu karyawan bagian teknisi pengolahan limbah, menjelaskan bahwa buangan akhir air limbah pabrik kertas mengandung air buangan (sludge) yang mengandung Cl, Al, Hg, Pb, Cu, Mn bahan organik serta endapan yang tinggi. Sedangkan pada stasiun VI, tingginya kadar logam timbal, fosfat dan nitrat kemungkinan besar diakibatkan oleh limbah pertanian yang dihasilkan oleh warga sekitar, karena pada area

Waduk Sengguruh dipenuhi oleh pertanian yang dilakukan oleh masyarakat sekitar area Waduk Sengguruh.

Tingginya kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air maupun kandungan fosfat dan nitrat di perairan Sungai Lesti pada stasiun VI dan VII mengakibatkan kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air memiliki nilai di atas ambang batas yaitu sebesar 0,5 mg/kg. Selain kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air, kandungan fosfat dan nitrat di perairan Sungai Lesti memiliki nilai di atas ambang batas yaitu sebesar 10 ppm untuk kandungan nitrat dan 0,2 ppm untuk kandungan fosfat di perairan. Selain karena faktor industri dan pertanian, tingginya kandungan fosfat dan nitrat di stasiun VI dan VII diakibatkan karena adanya keberadaan eceng gondok yang melimpah pada area Waduk Sengguruh. Penelitian Christanty, dkk (2015) mengungkapkan bahwa peningkatan pertumbuhan biomassa eceng gondok akan dapat mengakibatkan peningkatan kandungan nitrat dan fosfat di perairan sungai.

Pada Gambar 4.2 dari stasiun III menuju stasiun IV terjadi penurunan penyerapan kandungan logam timbal (Pb) oleh sampel tanaman kangkung air yang diikuti oleh penurunan kandungan fosfat dan nitrat pada perairan Sungai Lesti. Faktor keberadaan sumber pencemar yang rendah sangat mempengaruhi terhadap rendahnya kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air dan kandungan fosfat maupun nitrat pada air Sungai Lesti pada stasiun IV. Keberadaan logam berat pada stasiun ini disinyalir hanya berasal dari stasiun III dalam hal ini yaitu aktivitas rumah tangga. Melihat jarak aliran sungai dari stasiun III menuju stasiun IV yang cukup jauh mengakibatkan limbah yang mengandung logam berat maupun bahan organik yang terbawa oleh arus sungai mengalami

pengendapan ketika menuju aliran sungai berikutnya. Hal ini sesuai dengan pendapat Ruyitno (1991), logam berat yang masuk dalam perairan akan mengalami pengenceran selanjutnya dipekatkan dengan melalui proses fisika yaitu dengan cara pengendapan dan akhirnya logam berat tersebut akan mengendap di dalam dasar perairan yang mengakibatkan kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air menurun. Jarak lokasi stasiun IV dengan sumber pencemar juga berpengaruh terhadap besarnya kadar timbal (Pb), fosfat dan nitrat di perairan sungai. Pada jarak yang lebih dekat akan mempunyai kadar Pb, fosfat dan nitrat yang lebih besar dibandingkan dengan jarak yang jauh.

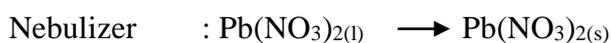
Rendahnya sumber pencemar dan jauhnya jarak sumber pencemar pada stasiun IV mengakibatkan kandungan logam timbal pada tanaman kangkung air rendah sehingga kandungan timbal yang dimiliki berada di bawah ambang batas yaitu sebesar 0,5 mg/kg. Hal yang sama terjadi pada kandungan fosfat dan nitrat di perairan Sungai Lesti, keberadaan sumber pencemar yang rendah mengakibatkan kandungan fosfat dan nitrat berada di bawah ambang batas yang sudah ditetapkan yaitu sebesar 10 ppm untuk nitrat dan 0,2 ppm untuk fosfat.

4.5 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Pengaturan alat bertujuan untuk memperoleh populasi atom pada tingkat dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas, sehingga berubah ke keadaan tereksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar maka radiasi yang diserap makin banyak pula, sehingga akan diperoleh serapan yang maksimum.

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom akan menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Logam timbal (Pb) akan menyerap pada panjang gelombang 283,3 nm. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik atom timbal (Pb) sehingga menghasilkan garis spektrum yang tajam. Larutan sampel hasil destruksi yang mengandung logam timbal (Pb) dalam bentuk garam akan diubah menjadi aerosol dan berdisosiasi menjadi bentuk atom-atomnya (M^0). Sebagian atom akan teresksitasi secara termal oleh nyala, tetapi kebanyakan atom akan tetap tinggal sebagai atom netral pada tingkat energi terendah. Atom-atom yang berada pada tingkat energi terendah kemudian akan menyerap cahaya yang dipancarkan oleh sumber cahaya.

Senyawa organik yang menempel pada logam yakni $Pb(CH_2O)$ pada saat di destruksi menggunakan HNO_3 akan menjadi $Pb(NO_3)_2$ sehingga memiliki bilangan oksidasi +2. Selanjutnya sampel hasil destruksi akan masuk pada nebulizer yang kemudian akan dikabutkan yang berarti $Pb(NO_3)_2$ menyebar tidak berkumpul menjadi satu. Selanjutnya sampel yang masuk pada burner, nitrat tersebut kembali diuapkan dan Pb menjadi atom. Berikut adalah reaksi atomisasi Pb^{2+} yang memiliki bilangan oksidasi +2 berubah menjadi Pb tidak bermuatan:



Optimasi alat bertujuan untuk mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan respon terbaik. Kondisi optimum analisis suatu unsur diperoleh dengan mengukur serapan maksimum unsur tersebut pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, laju alir asetilen, arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, dan tinggi pembakar.

Tabel 4.3 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal (Pb)

Parameter	Satuan	Timbal (Pb)
Panjang gelombang	λm	283,3
Laju Alir Asetilen	L/menit	2,0
Laju Alir Udara	L/menit	10,0
Kuat Arus HCL	μA	10,0
Lebar Celah	Nm	0,7
Tinggi Burner	Nm	2,0

Tinggi pembakar yang digunakan untuk analisis logam timbal (Pb) dengan SSA sebesar 2,0 Nm. Optimasi tinggi pembakar yang digunakan untuk mendapatkan populasi atom yang terbanyak sehingga pembakaran tepat pada lintasan energinya. Optimasi laju alir gas pembakar dan oksidan sangat berpengaruh pada suhu pengatoman. Apabila gas pembakar untuk energi pengatoman kurang, maka akan dihasilkan pengatoman yang kurang sempurna. Laju alir gas pembakar yang paling baik digunakan 10,0 L/menit.

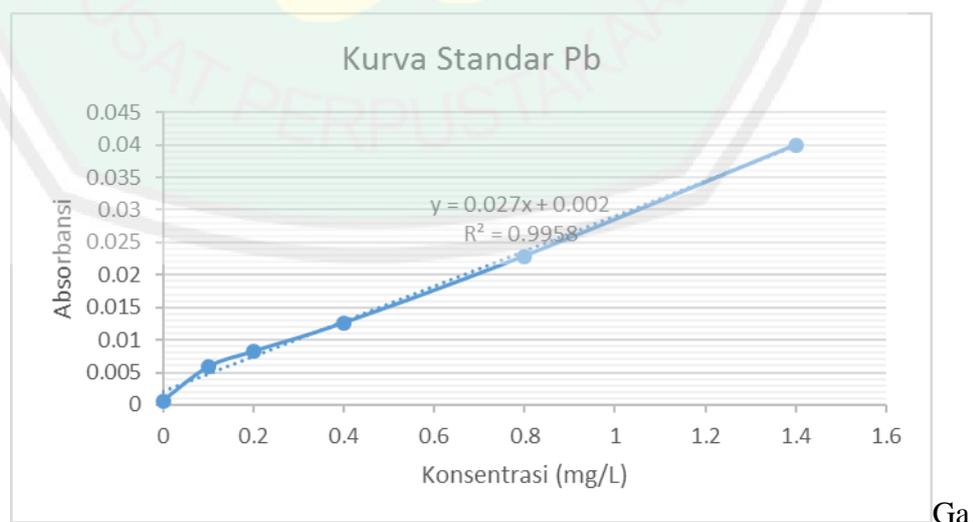
4.6 Pembuatan Kurva Standar

Kurva standart merupakan kurva yang dibuat dari sederetan larutan standar yang masih dalam batas linearitas sehingga dapat diregresilinierkan (Rohman, 2007). Pembuatan larutan standart diawali dengan membuat larutan standart

timbang (Pb) 10 mg/L dengan cara memindahkan 1 mL larutan stock 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Selanjutnya dibuat larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L dengan cara memipet 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL dan diukur pada panjang gelombang 283,3 nm.

Dalam pembuatan kurva standar, kurva yang terbentuk harus linier, hal ini merupakan syarat agar hasil analisis lebih akurat. Kurva standar dibuat dengan persamaan regresi linier yaitu $y = ax + b$, dimana y adalah absorbansi yang digunakan sebagai absis. Oleh karena itu konstanta yang ditentukan oleh Slope adalah nilai a dan b . Perbandingan antara kurva absorbansi dengan larutan standart akan memperoleh kurva garis lurus.

Berdasarkan data yang diperoleh kemudian dibuat kurva standar dengan membandingkan konsentrasi larutan standar (x) terhadap absorbansinya (y), sehingga dapat ditentukan persamaan garis regresi liniernya. Kurva standar logam timbal ditunjukkan pada Gambar 4.3



Gambar 4.3 Kurva standar Pb

Berdasarkan Gambar 4.3 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula absorbansi, sehingga persamaan dari kurva standar logam timbal (Pb) didapatkan persamaan linear $y = 0,027x + 0,002$ dimana y adalah absorbansi, a adalah slope, x adalah konsentrasi sedangkan b adalah intersep. Sehingga didapatkan nilai koefisien korelasi (r^2) sebesar 0,9958 dimana nilai ini mendekati +1 yaitu menunjukkan bahwa respon yang diberikan oleh alat terhadap konsentrasi analit telah memenuhi syarat. Setelah didapatkan hasil tersebut dapat dibuktikan bahwa Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A).

4.7 Kajian Hasil Penelitian Menurut Perspektif Islam

Berdasarkan hasil penelitian, didapatkan konsentrasi logam timbal (Pb) rata-rata pada sampel tanaman kangkung air sebesar 0,2183- 2,9396 ppm dengan kandungan nitrat pada Sungai Lesti sebesar 4,116- 15,37 ppm dan kandungan fosfat sebesar 0,082- 1,35 ppm. Kandungan logam timbal (Pb) pada tanaman kangkung air setelah dianalisis ternyata pada beberapa stasiun berada di atas ambang batas maksimum yang telah ditetapkan oleh BPOM tahun 2014 dan SNI tahun 2009 sebesar 0,5 mg/kg. Sedangkan kandungan nitrat dan fosfat pada air sungai Lesti pada beberapa stasiun berada di atas ambang batas maksimum yang telah ditetapkan oleh Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001 yaitu sebesar 10 ppm untuk nitrat dan 0,2 ppm untuk fosfat.

Terjadinya pencemaran yang disebabkan oleh masuknya berbagai limbah dari rumah-rumah penduduk, pertanian serta pembuangan limbah dari pabrik menjadi salah satu penyebab kerusakan ekosistem perairan, akibatnya kualitas perairan juga menurun. Firman Allah SWT dalam surat Asy-Syu'ara ayat 183 tentang larangan berbuat kerusakan.

وَلَا تَبْخَسُوا النَّاسَ أَشْيَاءَهُمْ وَلَا تَعْثَوْا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ ﴿١٨٣﴾

Artinya: “Dan janganlah kamu merugikan manusia pada hak-haknya dan janganlah kamu merajalela di muka bumi dengan membuat kerusakan” (QS. Asy Syu'ara ayat 183).

Rasulullah SAW bersabda berkaitan dengan larangan berbuat kerusakan yang diriwayatkan oleh Abu Daud.

مَنْ قَطَعَ سِدْرَةً صَوَّبَ اللَّهُ رَأْسَهُ فِي النَّارِ

Artinya: “Barang siapa yang menebang pepohonan, maka Allah akan mencelupkannya ke dalam neraka.”

Firman Allah SWT dan hadits Rasulullah SAW menjelaskan kepada kita sebagai ummat Islam agar mematuhi perintah-Nya dan menjauhi larangan-Nya, dan mengerjakan segala yang ma'ruf, baik, bermanfaat dan dicintai serta melarang dari segala yang buruk, contohnya penebangan pohon secara liar yang mengakibatkan kerusakan darat serta pembuangan limbah ke badan aliran sungai yang mengandung logam berat yang sangat membahayakan kehidupan manusia, tumbuhan dan hewan di sekitar kawasan pembuangan limbah. Seharusnya kita sebagai ummat Islam menghindari pencemaran lingkungan dalam bentuk apapun, karena Allah tidak menyukai orang-orang yang berbuat kerusakan (Abdullah, 2007).

Pembuangan limbah berbahaya yang mengandung logam berat, sangat membahayakan kehidupan manusia, tumbuhan dan hewan di sekitar kawasan pembuangan limbah. Hal ini merupakan suatu tindakan yang tidak disukai Allah SWT. Sebagai seorang mukmin, diperlukan kesadaran dalam upaya pencegahan terhadap pembuangan limbah yang dilakukan secara tidak bertanggung jawab. Islam sebagai agama pembeda antara yang baik dan buruk tidak menyukai tindakan yang bersifat merusak, sebagaimana Allah SWT sebutkan dalam Al Qur'an surat Al A'raf ayat 85 yaitu:

وَلَا تُفْسِدُوا فِي الْأَرْضِ بَعْدَ إِصْلَاحِهَا ذَلِكُمْ خَيْرٌ لَّكُمْ إِن كُنتُمْ مُؤْمِنِينَ ﴿٨٥﴾

Artinya: “.....dan janganlah kamu membuat kerusakan di muka bumi sesudah Tuhan memperbaikinya. Yang demikian itu lebih baik bagimu jika betul-betul kamu orang-orang yang beriman" (QS. Al- A'raf: 85).

Dalam *Tafsir Ibnu Katsir* maksud dari ayat di atas adalah suatu pesan kepada kita supaya mendengarkan seruan dari para Rasul. Sebagai umat islam kita seharusnya sadar bahwa Allah telah memberikan nikmat-Nya disekitar kita, kewajiban kita sebagai orang islam menjaga pemberian-Nya, serta tidak melakukan hal-hal yang dapat merusak lingkungan yang berada disekitar kita (Abdullah, 2007).

Hasil penelitian yang dilakukan menunjukkan tingginya kadar logam berat timbal pada tanaman kangkung air dan kandungan nitrat serta fosfat pada air Sungai Lesti Kabupaten Malang. Penyebab tingginya kadar logam timbal dan kandungan nitrat serta fosfat tidak terlepas dari aktivitas masyarakat sekitar aliran Sungai Lesti yang membuang berbagai macam limbah ke badan aliran Sungai Lesti. Oleh Karena itu, diperlukan kesadaran bagi semua masyarakat untuk

bersama-sama menjaga keindahan alam ini dengan cara tidak membuang berbagai macam jenis limbah ke badan aliran sungai.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian terhadap kadar logam timbal pada tanaman kangkung air secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil analisis berdasarkan konsentrasi yang terukur menunjukkan metode destruksi basah tertutup microwave memiliki konsentrasi yang sedikit lebih tinggi dibandingkan dengan refluks.
2. Analisis kadar logam timbal menggunakan destruksi microwave pada masing-masing sampel tanaman kangkung air tiap stasiun I, II, III, IV, V, VI dan VII secara berturut – turut sebesar 0,2183 mg/kg; 0,2923 mg/kg; 0,4483 mg/kg; 0,3305 mg/kg; 2,6131 mg/kg; 2,936 mg/kg dan 2,8452 mg/kg.

5.2 Saran

Berdasarkan pada penelitian yang dilakukan, ada beberapa hal yang perlu dilakukan untuk memperbaiki dan mengembangkan penelitian sebelumnya, antara lain:

1. Perlu dilakukan analisis kadar logam berat lain seperti kadmium pada tanaman kangkung air di Sungai Lesti Kabupaten Malang serta perlu dilakukan analisis penentuan kandungan timbal (Pb) pada masing-masing bagian pada tanaman kangkung air seperti akar, batang dan daun.

2. Perlu dilakukan penambahan EDTA 1 M pada sampel untuk analisis logam timbal sehingga diperoleh serapan yang maksimal dan stabil pada pembacaan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).



DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5*. Jakarta: Pustaka Imam Asy-Syafi'i
- Alaerts, G. 1987. *Metode Penelitian Air*. Surabaya: Usaha Nasional
- Alloway, B.J. 1995. *Heavy Metal in Soils*. Jhon Willey and Sons Inc., New York
- Anderson, K. 1999. Analytical Techniques for Inorganic Contaminants. Gaitherburg: *AOAC International*: 79-83
- Badan POMRI. (2014). *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 12 Tahun 2014 Batas Cemar Logam Berat pada Obat Tradisional*. Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan
- Baldock, D., Bishop, K., Mitchell, K & Philips, A. 1996. *Growing Greener : Sustainable Agriculture in the UK*. Report to CPRE dan WWF-UK
- Basset, J., R. C. Denney, G.H., Jeffrey, J. Mendhom. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisa Kuantitatif Anorganik*. Jakarta : EGC
- BLH. 2016. *Sumber Pencemar Sungai Lesti Kabupaten Malang*. Balai Lingkungan Hidup Kabupaten Malang
- Charlena. 2004. Pencemaran Logam Berat Timbal dan Cadmium pada Sayur-Sayuran. *Falsafah Sains (PSL 702)*. Program Pascasarjana Institut Pertanian Bogor
- Chasten, T.G. 2000. *Atomic Absorption Spectroscopy*. Texas: Department of Chemistry, Sam Houston State University
- Chauchan, A.S., Bhadauria, R., Singh, A.K & Lodhi, S. S. 2010. Determination of Lead and Cadmium in Cosmetic Production. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research* 2(6): 92-97
- Connel, DW & G.J Miller. 1995. *Ekotoksikologi Pencemaran*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia (UI Press)
- Cristanty, Y., Barus, T. A & Desrita. 2015. Hubungan Kandungan Nitrat dan Fosfat Terhadap Pertumbuhan Biomassa Basah Eceng Gondok di Rawa Kongsu Sumatra Utara. *Jurnal Perikanan dan Kelautan*. Vol 1: 8-12
- Cristian, G. D. 1994. *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectroscopy*. United State of America: The Perkin-Elmer Coporation
- Darmono. 2001. *Lingkungan Hidup dan Pencemaran Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam*. Edisi 1. Jakarta: Universitas Indonesia Press

- Day & Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga
- Departemen Kesehatan. 2001. *Kerangka Acuan Uji Petik Kadar Timbal (Pb) pada Spesimen Darah Kelompok Masyarakat Beresiko Tinggi Pencemaran Timbal*. Ditjen PPM dan PLP Departemen Kesehatan RI Jakarta
- Dewi, D. C. 2012. Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah dan Destruksi Kering. *Alchemy*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang
- Dewi, D. C., Fauziyah, B., Suryadinata, A., Annisa, D & Afifah, N. 2011. Optimasi Penentuan Kadar Logam Cu dan Pb dalam Gula Pasir Secara SSA dengan Destruksi Microwave Digestion. *Alchemy*. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang
- Dibiyantoro, A. L. H. 1996. Rumpai-rumpai tentang Kangkung. Bandung: Balai Penelitian Tanaman Sayuran. *Publitbang Holikultura*. Balitbang Pertanian
- Effendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air bagi Pengolahan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisus
- Erdayanti, Pinta. 2015. Analisis Kandungan Logam Timbal pada Sayuran Kangkung dan Bayam di Jalan Kartama Pekanbaru Secara Spektroskopi Serapan Atom. *JOM FMIPA*. Volume 2 No. 1: 75-82
- Fadhillah, R. L. 2016. Analisis Kadar Logam Timbal pada Sampo dengan Variasi Metode Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang
- FAO/WHO. 2004. *Safety Evaluation of Certain Food Additives and Contaminants*. World Health Organization, Geneva
- Fardiaz, S. 2001. *Polusi Air dan Udara*. Yogyakarta: Kanisus
- Firmansyah, M. A., Sabikis & Utami, P. I. 2012. Analisis Kandungan Logam Berat Timbal di Mata Air Pegunungan Guci Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Pharmacy*. Vol 09No. 03: 100-110
- Fitter, A. H & Hay, R. K. M, 1991. *Fisiologi Lingkungan Tanaman*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press
- Gandjar, I. G & Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Happy, R. A., Masymir & Dhaiyat, Y. 2012. Distribusi Kandungan Logam Berat Pb dan Cd Pada Kolam Air dan Sedimen DAS Citarum Hulu. *Jurnal Perikanan dan Kelautan*. Vol 3: 175-182

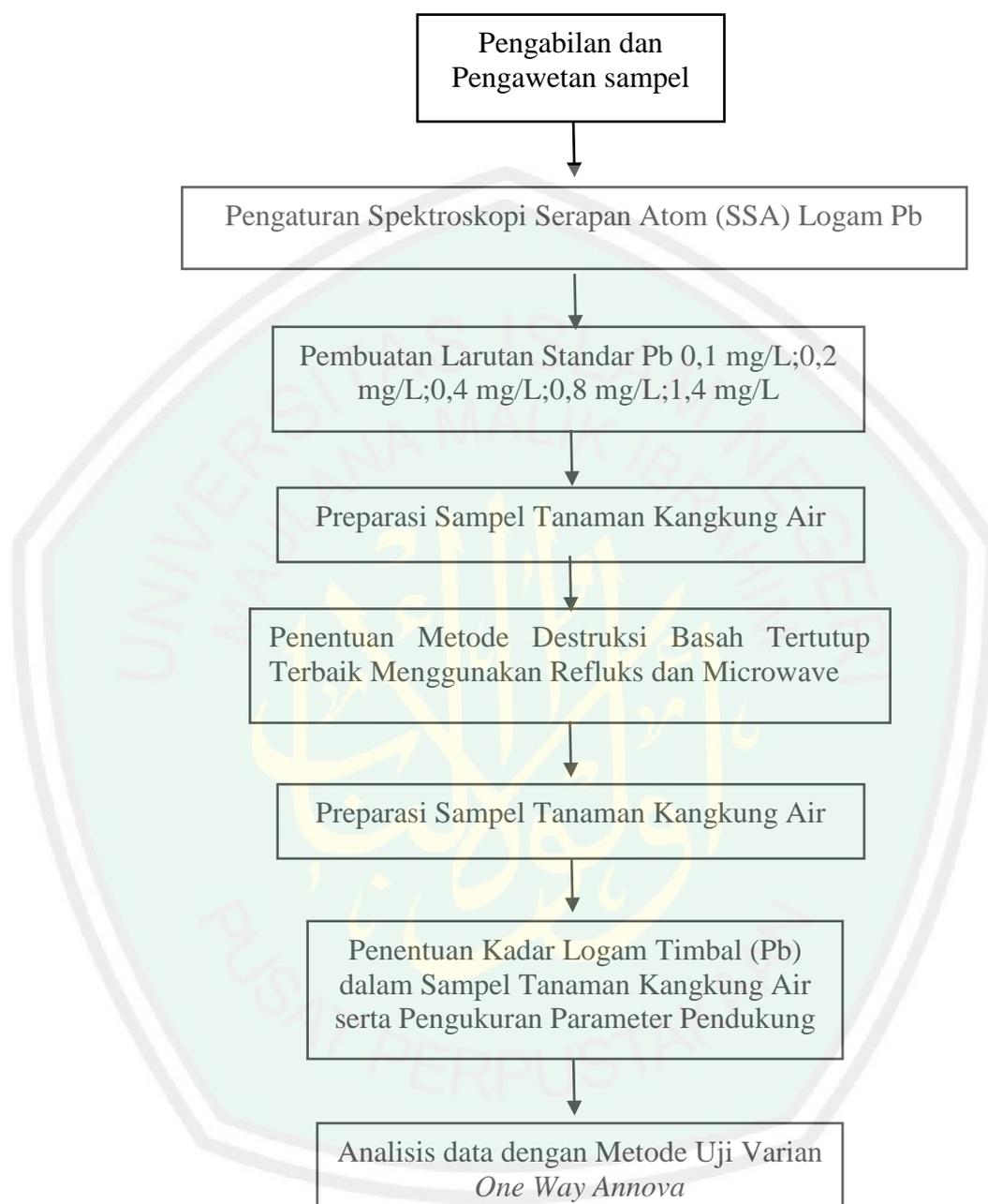
- Haryoto, K. 1999. Kebijakan dan Strategi Pengolahan Limbah dalam Menghadapi Tantangan Global di dalam Teknologi Pengolahan Limbah dan Pemulihan Kerusakan Lingkungan. *Prosiding Seminar Nasional*. Jakarta 13 Juli 1999, BPPT, Jakarta
- Irfanto. 2009. Pengaruh Logam Berat Timbal (Pb) dalam Limbah Cair PT. Ekamas Fortuna pada Sungai Lesti dengan Bioindikator kangkung di Kabupaten Malang. *Skripsi*. Universitas Brawijaya Malang
- Islam, Md. S., Ahmed, Md. K., Habibullah, Md., Raknuzamanz, M. 2015. The Concentration, Source and Potential Human Health Risk of Heavy Metals in the Commonly Consumed Foods in Bangladesh. *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 122 (2015): 462–469
- Jaya, I. G., Siaka, I. M & Diantariani, N. P. 2014. Total Logam Pb dan Cr Dalam Tanah Pertanian dan Air Danau Beratan Serta Bioavailailitasnya Dalam Tanah Pertanian Di Daerah Bedugu. *Jurnal Kimia* 8(1): 28-34
- Kartikasari, M. 2016. Analisis Logam Timbal pada Buah Apel dengan Metode Destruksi Basah Secara Spektrofotometer Serapan Atom. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang
- Karyadi. 2005. Akumulasi Logam Berat Pb Sebagai Residu Pestisida Pada Lahan Pertanian (Studi Kasus Pada Lahan Pertanian Bawang Merah Di Kecamatan Gemuh Kabupaten Kendal). *Tesis*. Universitas Diponegoro, Semarang.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press
- Koesobiono. 1980. *Dasar-Dasar Ekologi Umum*. Program Pascasarjana Institut Pertanian Bogor. Bogor
- Kohar, I., Hardjo, P.H., Petrus, S. 2005. Penetapan Kadar Pb Dalam Kangkung Air (Ipomoea Retans Poir) Yang Direbus Dengan Cara Berbeda. *Jurnal Ilmiah Sains dan Teknologi*. Vol. 1: 31-39
- Kristiangingrum, S. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya. *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY
- Laili, Rahmatul. 2016. Penentuan Kadar Logam Timbal dalam Kangkung Secara Spektroskopi Serapan Atom dengan Variasi Metode Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi. *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang
- Lidstrom, P. 2001. Microwave Assisted Organic Synthesis a Rivew. *Tetrahedrom*. 57, P, 9225-9283

- Mainali, B., Pham, T. T., Ngo, H. H & Gou, W. 2007. Maximum Allowable Values of the Heavy Metals in Recycled Water for Household Laundry. *Science of the Total Environment*. 452–453 (2013): 427–432
- Matusiewicz, H. 2003. *Wet Digestion Methods*. Comprehensive Analytical luges, Soils, and Oils. Enviromental Protection Agency U.S.A
- Melaku, S., Dams, R., Moens, L. 2005. Determination of Trace Elements in Agricultural Soil Samples by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry: Microwave Acid Digestion Versus Aqua Regia Extraction. *Analytica Chimica Acta*. 543 (2005) 117–123
- Microwave MDS 6. 2017. *Application Manual of Microwave Digestion*. Sineo Microwave Chemistry Technology (China) Co, Ltd
- Morse, G. K., Lester, J. N & Perry R. 1993. *The Economic and Environment Impact of Phousphorus Removal from Wastewater in the European Community*. Selper Publication, London.
- Nasrudin. 2015. Pencemaran Logam Pb Pada Tanaman Kangkung di Sungai Brantas Kediri. *Skripsi*. FKIP UNP Kediri
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta
- Priyatna, D., Purnomo, T & Kuswanti, N. 2016. Kadar Berat Timbal pada Air dan Ikan Bander di Sungai Brantas. *LenteraBio*. Vol 5: 48-53
- Prilinda, F. N., Soetopo, W & Prasetyorini, L. 2013. Studi Penanganan Potensi Penggunaan Air di Wilayah SUB DAS Lesti Kabupaten Malang. *Jurnal Teknik Pengairan Universitas Brawijaya*. Universitas Brawijaya Malang
- Priyanto. 2007. *Fitoremediasi sebagai Sebuah Teknologi Pemulihan Pencemaran, Khususnya Logam Berat*. [online] Diakses pada tanggal 7 Desember 2016
- Raimon. 1993. Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Lokakarya Nasional*. Yogyakarta: Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia
- Riyadina, W. 1997. Pengaruh Pencemaran Plumbum Terhadap Kesehatan. Media Litbangkes. *Balitbang Dep. Kes. RI*. Jakarta
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Ruyitno. 1991. *Status Pencemaran Laut Indonesia dan Teknik Pemanfaatannya*. LIPI. Jakarta

- Sanra, Yandrilita,. 2015. Analisis Kandungan Logam Timbal pada Tanaman Tomat yang Ditaman di Pinggir Jalan Raya Kecamatan Aur Birugo Tigo Baleh Bukittinggi. *JOM FMIPA*. Volume 2 No. 1: 136-144
- Siaka, I. M., Sahara, E & Dharmayoga, I. G. 2015. Bioavalabilitas dan Spesi Logam Berat Pb dan Cd pada Tanah Pertanian Basah dan Kering di Daerah Denpasar. *Jurnal Kimia*. 9 (1): 132-138
- Sorme, L and Lagerkvist, R. 2002. Sources of Heavy Metals in Urban Wastewater in Stockholm. *The Science of the Total Environment*. 298 (2002): 131–145
- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2009. *SNI 7387 : 2009 Batas Maksimum Cemaran Logam Berat Dalam Makanan*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn Dalam Contoh-Contoh Biologis. *Proseding Seminar Nasional Metode Analisis*. Jakarta: LIPI
- Supriyanto., Samin & Zainul K. 2007. Analisis Cemaran Logam Berat Pb, Cu, Cd pada Ikan Air Tawar dengan Metode Spektrometri Nyala Serapan Atom (SSA). *Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan Yogyakarta*. ISSN 1978-0176
- Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*. Yogyakarta: Laboratorium Instrumentasi Terpadu UII
- Tresna, Sastrawijaya. 1991. *Pencemaran Lingkungan Hidup*. Jakarta: Rineke Cipta
- Widowati, W., Sastiono, A & Jusuf, R. 2008. *Efek Toksisitas Logam: Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: ANDI
- World Health Organization and European Commision. 2002. *Eutrophication and Health*. The European Communities, Luxembourg.
- Wulandari, E. A & Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd, dan Cu dalam Nugget Ayam Rumpun Laut Merah (*Eucheuma cottonii*). Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Sepuluh Nopember (ITS). *Jurnal Sains dan Seni Pomits*. Vol. 2, No.2
- Yetti, E., Soedharma, D & Haryadi, S. 2011. Evaluasi Kualitas Air Sungai-Sungai di Kawasan DAS Brantas Hulu Malang dalam Kaitannya dengan Tata Guna Lahan dan Aktivitas Masyarakat di Sekitarnya. *JPSL*. Vol. (1): 10-15

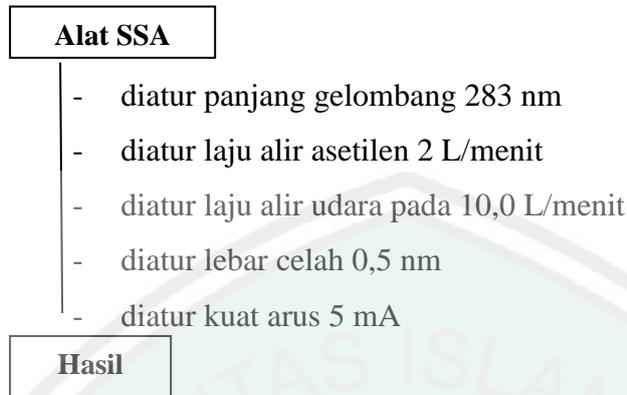
LAMPIRAN

Lampiran 1: Rancangan Penelitian

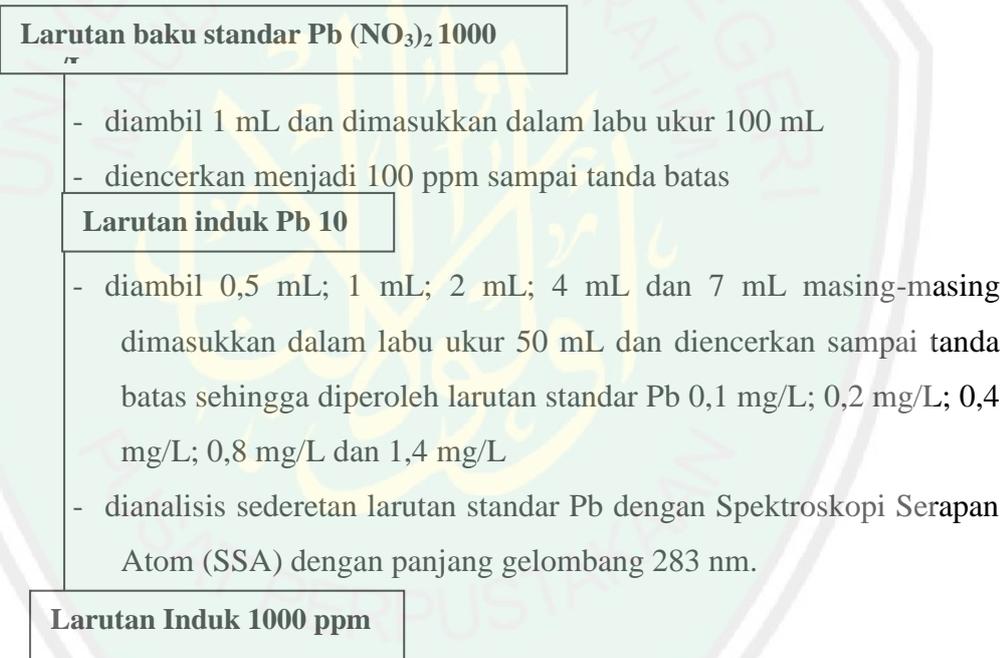


Lampiran 2 : Diagram Alir

1. Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)



2. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)



3. Preparasi Penentuan Destruksi Basah Terbaik

Tanaman Kangkung Air

- Diambi sampel tiap stasiun dan digabung menjadi satu
- Dipotong kecil-kecil bagian batang dan daun
- Dihaluskan menggunakan mortal dan alu
- Diambil sebanyak 2 gram untuk kemudian dilakukan analisis penentuan destruksi terbaik dengan refluk dan microwave

Hasil

4. Destruksi Sampel Menggunakan Refluks

Sampel Tanaman Kangkung

- Diambil sebanyak 2 gram
- Dimasukkan dalam labu alas bulat
- Didestruksi dengan 6 mL HNO_3 65% dan 2 mL H_2O_2 30%
- Dipasang serangkaian alat refluks
- Dipanaskan sampel dengan menggunakan suhu sekitar 80°C hingga larutan jernih kemudian didinginkan
- Disaring hasil destruksi refluks dengan kertas Whatman no 42
- Dianalisis logam timbal dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 283 nm

Hasil

5. Destruksi Sampel Menggunakan Microwave

Sampel Tanaman Kangkung

- Diambil sebanyak 2 gram
- Dimasukkan vessel
- Didestruksi dengan 6 mL HNO₃ 65% dan 2 mL H₂O₂ 30%
- Dipasang sensor suhu dan tekanan
- Diklik tombol start
- Ditunggu hingga proses digest selesai dan ditunggu hingga suhu tidak panas, sekitar 60 derajat
- Dibuka vessel dari microwave lalu di saring dengan kertas Whatman no 42
- Dianalisis logam timbal dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 283 nm

Hasil

Lampiran 3: Perhitungan

1. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

- a. Pembuatan larutan 1000 ppm menjadi 10 ppm

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

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

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

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

Sehingga larutan 10 ppm dibuat dengan cara dipipet 1 mL dari larutan induk 1000 ppm kedalam labu takar 100 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

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

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

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

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

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 0,1 ppm dibuat dengan cara dipipet 0,5 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

- c. Pembuatan larutan standar 0,2 mg/L

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

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

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

$$V_1 = 1,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 0,2 ppm dibuat dengan cara dipipet 1,0 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

- d. Pembuatan larutan standar 0,4 mg/L

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

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

$$V_1 = 2,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 0,4 ppm dibuat dengan cara dipipet 2,0 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

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

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

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

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

$$V_1 = 4,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 0,8 ppm dibuat dengan cara dipipet 4,0 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

- f. Pembuatan larutan standar 1,4 mg/L

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

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

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

$$V_1 = 7,0 \text{ mL}$$

Sehingga larutan 1,4 ppm dibuat dengan cara dipipet 7,0 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

2. Pembuatan HNO₃ 0,5 M

Diketahui : ρ HNO₃ 65 % = 1,39 gr/cm³

$$= 1390 \text{ gr/L}$$

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

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

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

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

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

$$n \text{ HNO}_3 = \frac{65 \text{ gr}}{63 \text{ gr/mol}}$$

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

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

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

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

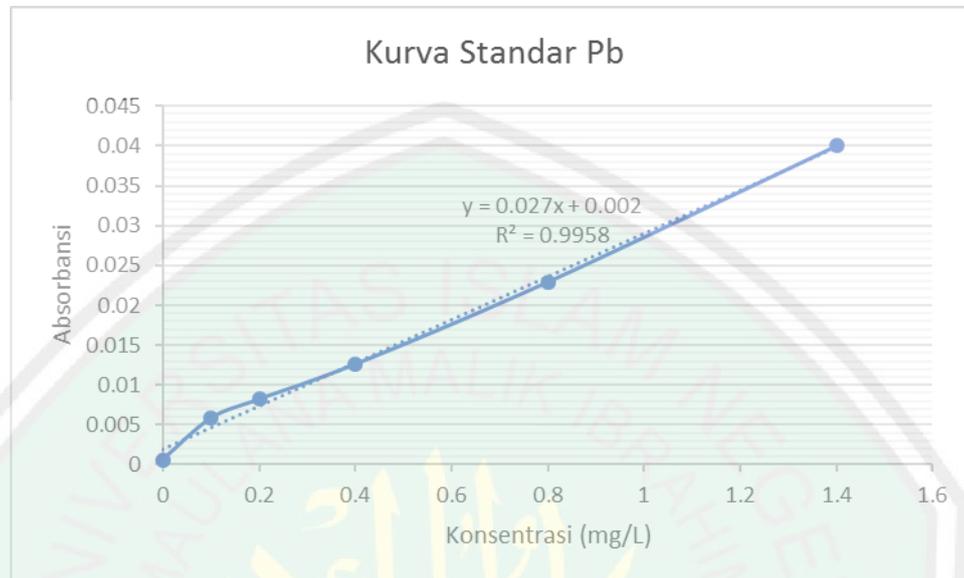
$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,3505 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{14,3505 \text{ M}}$$

$$V_1 = 17,42 \text{ mL}$$

3. Hasil Uji Linieritas Dan Sensitivitas



4. Hasil Uji Akurasi

a. 0,1 ppm

$$y = 0,027x + 0,002$$

$$0,0058 = 0,027x + 0,002$$

$$0,0058 - 0,002 = 0,027x$$

$$x = 0,1407 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{0,1407 \text{ ppm}}{0,1 \text{ ppm}} \times 100 \%$$

$$= 140,7 \%$$

b. 0,2 ppm

$$y = 0,027x + 0,002$$

$$0,0082 = 0,027x + 0,002$$

$$0,0082 - 0,002 = 0,027x$$

$$\begin{aligned}
 x &= 0,2296 \text{ ppm} \\
 \% \text{ Recorvery} &= \frac{0,2296 \text{ ppm}}{0,2 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 114,8 \%
 \end{aligned}$$

c. 0,4 ppm

$$\begin{aligned}
 y &= 0,027x + 0,002 \\
 0,0126 &= 0,027x + 0,002 \\
 0,0126 - 0,002 &= 0,027x \\
 x &= 0,3926 \text{ ppm} \\
 \% \text{ Recorvery} &= \frac{0,3926 \text{ ppm}}{0,4 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 98,15 \%
 \end{aligned}$$

d. 0,8 ppm

$$\begin{aligned}
 y &= 0,027x + 0,002 \\
 0,0229 &= 0,027x + 0,002 \\
 0,0229 - 0,002 &= 0,027x \\
 x &= 0,7741 \text{ ppm} \\
 \% \text{ Recorvery} &= \frac{0,7741 \text{ ppm}}{0,8 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 96,759 \%
 \end{aligned}$$

e. 1,4 ppm

$$\begin{aligned}
 y &= 0,027x + 0,002 \\
 0,0400 &= 0,027x + 0,002 \\
 0,0400 - 0,002 &= 0,027x \\
 x &= 1,4074 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Recovery} &= \frac{1,4074 \text{ ppm}}{1,4 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 100,529 \% \end{aligned}$$

5. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) pada menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah Tertutup

a. Kadar yang terbaca instrument

Metode Destruksi (8 mL)	Kadar Logam Timbal (Pb) mg/Kg		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Microwave (6 mL HNO ₃ + 2mL H ₂ O ₂)	0,079	0,078	0,075
Refluks (6 mL HNO ₃ + 2mL H ₂ O ₂)	0,055	0,063	0,077

b. Kadar sebenarnya

Metode Destruksi (8 mL)	Kadar Logam Timbal (Pb) mg/Kg		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Microwave (6 mL HNO ₃ + 2mL H ₂ O ₂)	0,3152	0,3112	0,2995
Refluks (6 mL HNO ₃ + 2mL H ₂ O ₂)	0,2183	0,2501	0,3051

- **Microwave**

$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel}) / \text{berat sampel}$

$$M1 = \frac{\left(0,079 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,005 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,3152 \text{ mg/Kg}$$

$$M2 = \frac{\left(0,078 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,005 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,3112 \text{ mg/Kg}$$

$$M3 = \frac{\left(0,075 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,003 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2995 \text{ mg/Kg}$$

- **Refluks**

$Ks = (K.instrumen \times V.sampel) / \text{berat sampel}$

$$R1 = \frac{\left(0,055 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,016 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2183 \text{ mg/Kg}$$

$$R2 = \frac{\left(0,063 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,015 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2501 \text{ mg/Kg}$$

$$R3 = \frac{\left(0,077 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,019 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,3051 \text{ mg/Kg}$$

6. Perhitungan Konsentrasi Timbal (Pb) dalam Kangkung Air pada Tiap Titik Sampling

a. Kadar yang terbaca instrument

Titik	Metode destruksi basah tertutup terbaik		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
1	0,055	0,056	0,053
2	0,062	0,087	0,071
3	0,096	0,120	0,121
4	0,085	0,072	0,092
5	0,676	0,661	0,628
6	0,728	0,762	0,718
7	0,705	0,715	0,721

b. Kadar sebenarnya

Titik	Metode destruksi basah tertutup terbaik		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
1	0,2196	0,2238	0,2115
2	0,2471	0,3469	0,2829
3	0,3832	0,4795	0,4823
4	0,3383	0,2869	0,3664
5	2,6986	2,6361	2,5045
6	2,9091	3,0434	2,8663
7	2,8102	2,8529	2,8725

• **Titik Pertama**

$K_s = (K.instrumen \times V.sampel) / \text{berat sampel}$

$$T1 = \frac{\left(0,055 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2196 \text{ mg/Kg}$$

$$T2 = \frac{\left(0,056 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,002 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2238 \text{ mg/Kg}$$

$$T3 = \frac{\left(0,053 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(1,003 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2115 \text{ mg/Kg}$$

• **Titik Kedua**

$K_s = (K.instrumen \times V.sampel) / \text{berat sampel}$

$$E1 = \frac{\left(0,062 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,007 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2471 \text{ mg/Kg}$$

$$E2 = \frac{\left(0,087 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,006 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,3469 \text{ mg/Kg}$$

$$E3 = \frac{\left(0,0710 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,009 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2829 \text{ mg/Kg}$$

- **Titik Ketiga**

$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel}) / \text{berat sampel}$

$$R1 = \frac{\left(0,096 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,3832 \text{ mg/Kg}$$

$$R2 = \frac{\left(0,120 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,002 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,4795 \text{ mg/Kg}$$

$$R3 = \frac{\left(0,121 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,007 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,4823 \text{ mg/Kg}$$

- **Titik Keempat**

$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel}) / \text{berat sampel}$

$$S1 = \frac{\left(0,085 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,010 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,3383 \text{ mg/Kg}$$

$$S2 = \frac{\left(0,072 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,008 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,2869 \text{ mg/Kg}$$

$$S3 = \frac{\left(0,092 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,009 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 0,3664 \text{ mg/Kg}$$

- **Titik Kelima**

$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel}) / \text{berat sampel}$

$$F1 = \frac{\left(0,676 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 2,6986 \text{ mg/Kg}$$

$$F2 = \frac{\left(0,661 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,006 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 2,6361 \text{ mg/Kg}$$

$$F3 = \frac{\left(0,628 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,007 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 2,5045 \text{ mg/Kg}$$

- **Titik Keenam**

$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel}) / \text{berat sampel}$

$$C1 = \frac{\left(0,728 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,002 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 2,9091 \text{ mg/Kg}$$

$$C2 = \frac{\left(0,762 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,003 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 3,0434 \text{ mg/Kg}$$

$$C3 = \frac{\left(0,718 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,005 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 2,8663 \text{ mg/Kg}$$

- **Titik Ketujuh**

$K_s = (K.instrumen \times V.sampel) / \text{berat sampel}$

$$D1 = \frac{\left(0,705 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,007 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

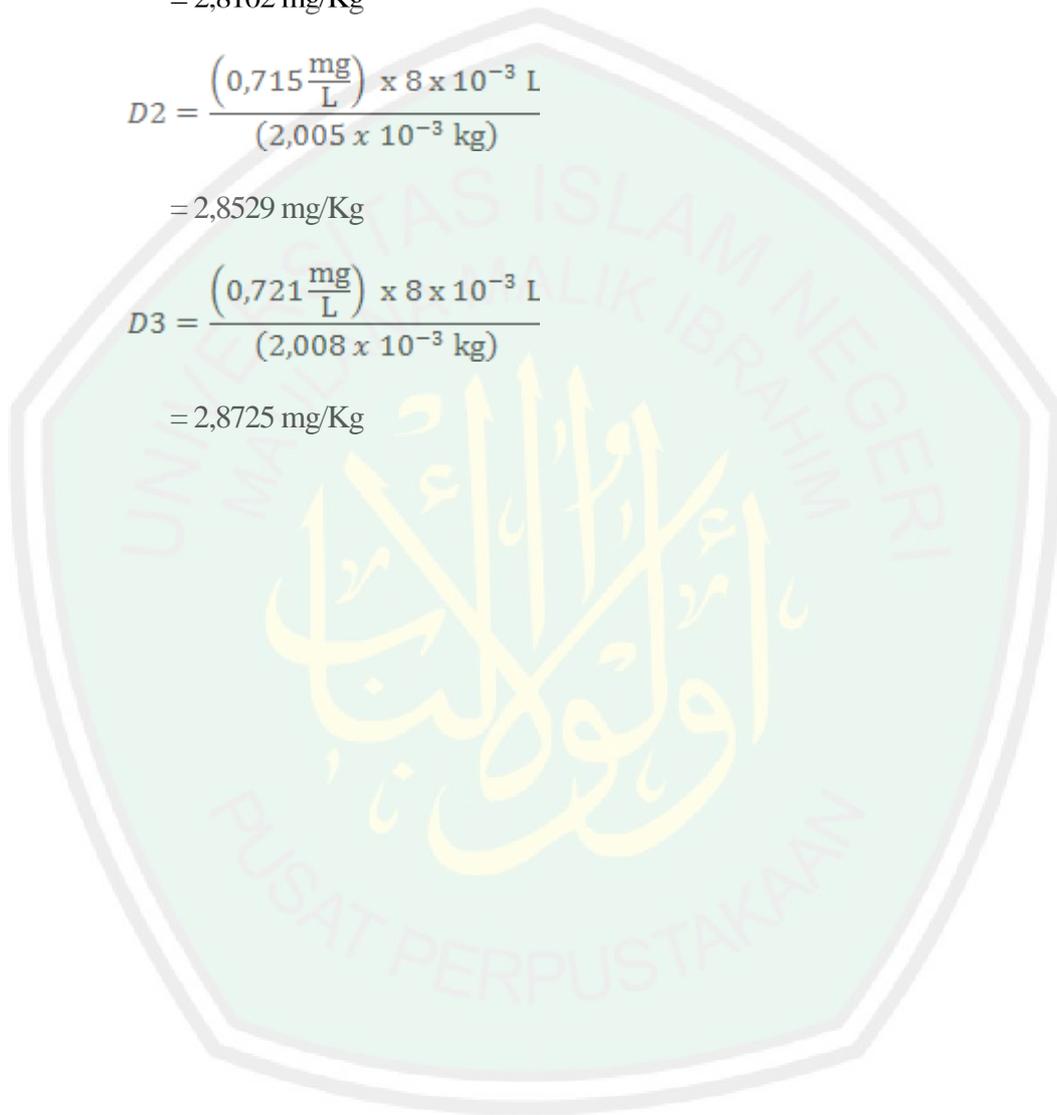
$$= 2,8102 \text{ mg/Kg}$$

$$D2 = \frac{\left(0,715 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,005 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 2,8529 \text{ mg/Kg}$$

$$D3 = \frac{\left(0,721 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 8 \times 10^{-3} \text{ L}}{(2,008 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 2,8725 \text{ mg/Kg}$$



Lampiran 4: Dokumentasi



Gambar 1. Sampel tanaman kangkung air



Gambar 2. Penumbukan Sampel



Gambar 3. Sampel didestruksi Refluks



Gambar 4. Sampel didestruksi Microwave



Gambar 5. Penyaringan Sampel



Gambar 6. Gambaran Umum Sungai Lesti



Gambar 7. Limbah Pabrik Kertas



Gambar 8. Kangkung air di Sungai Lesti



KEMENTERIAN AGAMA RI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN) MALIKI MALANG
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

JURUSAN KIMIA

Gedung Sains dan Teknologi UIN Malang Lt.2 Jl. Gajayana 50 Malang Telp./Fax +62341558933
 www.uin-malang.ac.id Email: info@uin-malang.ac.id, kimia@uin-malang.ac.id

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama : Andri Budianto
 NIM : 13630030
 Judul Skripsi : Analisis Kandungan Timbal (Pb) pada Tanaman Kangkung Air (Ipomea Aquatica Forsk) di Sungai Lesti Kabupaten Malang dengan Variasi Metode Basah Tertutup Menggunakan Kertas SSA

Pembimbing Utama : Eny Yulianti, M.Si.
 Pembimbing Agama : Romaidi, M.Si, D.Sc
 Konsultan : Rizkiul Mahmudah, M.Si.

No	Tanggal Konsultasi	Isi Konsultasi	Tanda Tangan Pembimbing
1	11 Nov/16	Konsul Bab I	
2	14 Nov/16	Revisian Bab I	
3	16 Nov/16	" Bab I	
4	7 Des/16	Konsul Bab II	
5	9 Des/16	Revisian Bab II	
6	19 Des/16	" Bab II	
7	22 Des/16	" Bab II	
8	5 Jan/17	Konsul Bab III	
9	11 Jan/17	Revisian Bab III	
10	20 Jan/17	" Bab III	
11	26 Jan/17	" Bab III	
12	2 Feb/17	" Bab III	
13	18 Feb/17	Bab I, II, III	
14	16 Feb/17	Bab I, II, III	
15	16 Feb/17	Bab I, II, III	
16	13 Mei/17	Bab IV	
17	16 Mei/17	Revisian Bab IV	

