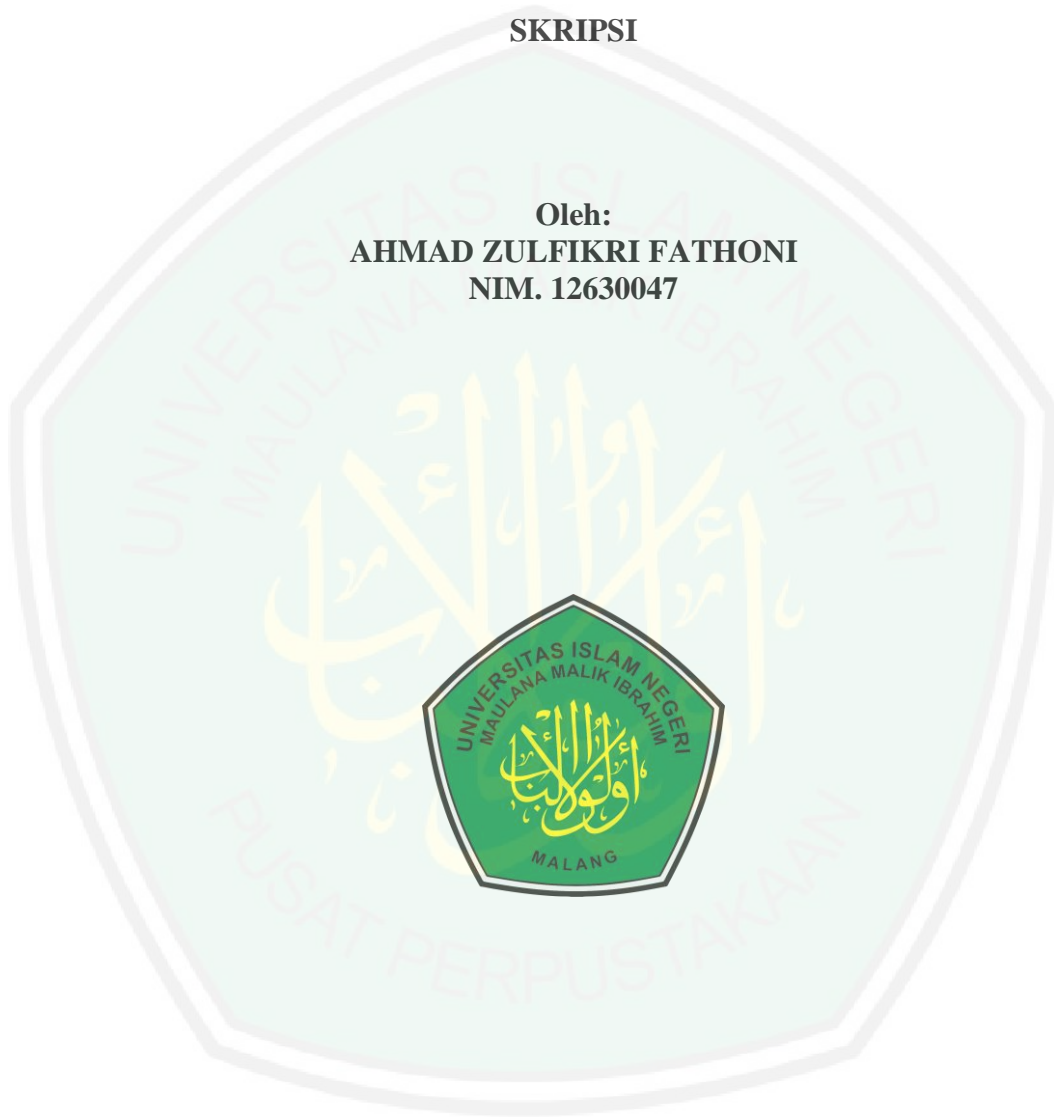


**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) DALAM SELADA (*Lactuca Sativa* L.)  
MENGUNAKAN METODE DESTRUKSI *MICROWAVE* SECARA  
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**AHMAD ZULFIKRI FATHONI**  
NIM. 12630047



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2018**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) DALAM SELADA (*Lactuca Sativa* L.)  
MENGUNAKAN METODE DESTRUKSI MICROWAVE SECARA  
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
AHMAD ZULFIKRI FATHONI  
NIM. 12630047**

**Diajukan kepada:  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri 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  
2018**

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) DALAM SELADA (*Lactuca Sativa* L.)  
MENGUNAKAN METODE DESTRUKSI *MICROWAVE* SECARA  
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:  
**AHMAD ZULFIKRI FATHONI**  
NIM. 12630047

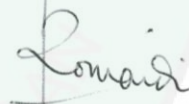
Telah Disetujui dan Disahkan  
pada 6 Juni 2018

Pembimbing I



**Diana Candra Dewi, M.Si**  
NIP. 19770720 200312 2 001


Pembimbing II



**Romaidi, M.Si, D.Sc**  
NIP. 19810201 20090801 1 019

Mengesahkan,  
Ketua Jurusan Kimia



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

**ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) DALAM SELADA (*Lactuca Sativa* L.)  
MENGUNAKAN METODE DESTRUKSI *MICROWAVE* SECARA  
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**AHMAD ZULFIKRI FATHONI**  
NIM. 12630047

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

Tanggal: 06 Juli 2018

<b>Penguji Utama</b>	<b>: Rachmawati Ningsih, M.Si</b> NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
<b>Ketua Penguji</b>	<b>: Rif'atul Mahmudah, M.Si</b> NIDT. 19830125 20160801 2 068	(.....)
<b>Sekretaris Penguji</b>	<b>: Diana Chandra Dewi, M.Si</b> NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
<b>Anggota Penguji</b>	<b>: Romaidi, M.Si, D.Sc</b> NIP. 19810201 20090801 1 019	(.....)

Mengesahkan,  
**Ketua Jurusan Kimia**



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

**PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN**

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Ahmad Zulfikri Fathoni  
NIM : 12630047  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Analisis Kadar Timbal (Pb) dalam Selada (*Lactuca Sativa L.*) Menggunakan Metode Destruksi *Microwave* Secara Spektroskopi Serapan Atom

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa hasil penelitian ini tidak terdapat unsur-unsur penjiplakan karya penelitian atau karya ilmiah yang pernah dilakukan atau dibuat oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis dikutip dalam naskah ini dan disebutkan dalam sumber kutipan dan daftar pustaka.

Apabila ternyata hasil penelitian ini terbukti terdapat unsur-unsur jiplakan, maka saya bersedia untuk mempertanggung jawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 06 Juli 2018

Yang Membuat Pernyataan,



Ahmad Zulfikri Fathoni  
NIM. 12630047



## **PERSEMBAHAN**

...Allah SWT dan Rasul-Nya...

...Ayah dan Ibu Tercinta...

Bapak Shobri Imza dan Ibu Aisyatur Rodliyah

...Adik-Adik ku...

Izzul Ulya Maulana dan M. Alif Haidar

...Seseorang Spesial Disana...

...Sahabat dan Keluarga Baru ku...

Dan

...Negeri ku Tercinta...

## KATA PENGANTAR



Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Allah swt, karena atas sifat rohman dan rohim-Nya penulis mampu menyelesaikan proposal penelitian dengan judul **“Analisis Kadar Timbal (Pb) dalam Selada (*lactuca sativa* L.) Menggunakan Metode Destruksi *Microwave* Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)”** ini dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW, sosok teladan personal dalam membangun *role model* peradaban dan budaya pemikiran.

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar – besarnya kepada:

1. Kedua orang tua penulis, dan adik-adik tercinta yang menjadi dorongan utama penulis sehingga terus semangat dalam menuntut ilmu.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si dan Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan yang telah meluangkan waktu untuk membimbing di sela – sela kesibukan beliau.
4. Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Prof. H. Abdul Haris, M.Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

6. Segenap Civitas Akademika Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, yang telah memberikan motivasi, pengalaman, dan pengetahuannya kepada penulis.
7. Orang-Orang paling berpengaruh dalam keseharian penulis, Safrotul Millah, Fawwaz M Fauzi, Choiratul Amin, dan Coffee 8 yang selalu menjadi tempat curahan keluhan dan solusi, dan banyak lagi.
8. Sahabat-sahabatku di PMII Rayon *Pencerahan* Galileo Komisariat Sunan Ampel Malang, yang telah memberikan banyak pengalaman dan ilmunya sehingga penulis dapat menjadi pribadi yang seperti sekarang.
9. Teman-teman HIMASKA “Helium” Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang banyak membantu, berbagi semangat dan dukungan. Semoga kita semua sukses bersama.
10. Serta pihak-pihak yang telah membantu yang tidak mungkin disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari sempurna, oleh karena itu kritik serta saran atas kekurangan laporan ini akan diterima dengan senang hati. Akhir kata semoga dengan penyusunan proposal penelitian ini dapat memberikan manfaat dan pembuka ide-ide brilian selanjutnya bagi kita semua, Amin.

Malang, Juli 2018

**Penulis**



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	
<b>HALAMAN PENGANTAR</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vi</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>viii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>x</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiii</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	7
1.3 Tujuan Penelitian .....	7
1.4 Batasan Masalah .....	7
1.5 Manfaat Penelitian .....	8
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1. Selada .....	9
2.2. Timbal (Pb) .....	12
2.2.1. Karakteristik Timbal (Pb) .....	12
2.2.2. Toksisitas Timbal (Pb) .....	14
2.2.3. Sumber Pencemar Logam Timbal .....	16
2.3. Destruksi Basah Tertutup ( <i>Microwave</i> ) .....	19
2.4. Analisis Kadar Timbal pada Berbagai Sayuran .....	23
2.5. Analisis Timbal Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	24
2.5.1. Spektroskopi Serapan Atom .....	24
2.5.2. Bagian-bagian Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom .....	28
2.6. Metode Kurva Standar .....	30
2.7. Uji One Way Annova .....	31
2.8. Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam .....	32
<b>BAB III METODOLOGI</b>	
3.1. Tempat dan Waktu Penelitian .....	36
3.2. Alat dan Bahan .....	36
3.2.1 Alat Penelitian .....	36
3.2.2 Bahan penelitian .....	36
3.3. Rancangan Penelitian .....	37
3.4. Tahapan Penelitian .....	38

3.5. Metode Penelitian.....	38
3.5.1. Pemilihan dan Preparasi Sampel .....	38
3.5.2. Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) .....	39
3.5.3. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb).....	39
3.5.4. Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan <i>Microwave digestion</i> Variasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	39
3.5.5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Selada dengan Variasi Jarak Tanam dari Jalan Raya.....	40
3.6. Analisis Data .....	41
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1. Pemilihan dan Preparasi Sampel .....	43
4.2. Penyiapan Alat Spektroskopi Serapan Atom .....	44
4.3. Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb) .....	46
4.4. Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan <i>Microwave Digestion</i> Variasi Pelarut Secara Spektroskopi Serapan Atom .....	49
4.5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Selada dengan Variasi Jarak Tanam dari Jalan Raya .....	56
4.6. Analisis Hasil Temuan dengan Konsep Keislaman .....	59
<b>BAB V PENUTUP</b>	
5.1 Kesimpulan.....	62
5.2 Rumusan Masalah .....	62
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>63</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>69</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian .....	69
Lampiran 2 Diagram Alir.....	70
1. Pengambilan dan preparasi Sampel .....	70
2. Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	70
3. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb) .....	70
4. Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan <i>Microwave Digestion</i> Secara Spektroskopi Serapan Atom .....	71
5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Selada dengan Variasi Jarak Tanam dari Jalan Raya .....	72
Lampiran 3 Perhitungan.....	73
1. Pembuatan Larutan Stok 100 ppm $Pb^{2+}$ dalam persenyawaan $Pb(NO_3)_2$ .....	73
2. Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb).....	73
3. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Hasil Preparasi.....	75
4. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Masing-masing Sampel .....	77
Lampiran 4 Dokumentasi.....	79
Lampiran 5 Hasil data One way Anova penentuan destruksi terbaik .....	80
Lampiran 6 Hasil data One way Anova penentuan kadar timbal berdasarkan jarak tanam dari jalan raya .....	85

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Kandungan Gizi Selada.....	11
Tabel 2.2	Kisaran umum konsentrasi Logam Berat pada Pupuk, Pupuk Kandang, dan Kompos.....	18
Tabel 2.3	Beberapa komposisi pada bahan bakar bermotor.....	19
Tabel 2.4	Nyala Penetapan Unsur Pb.....	29
Tabel 3.1	Volume Perbandingan Zat Pengoksidasi.....	40
Tabel 3.2	Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb).....	41
Tabel 4.1	Kondisi Optimum Peralatan SSA logam Timbal (Pb).....	45
Tabel 4.2	Hasil Uji <i>one way anova</i> pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam timbal dalam sampel.....	55
Tabel 4.3	Hasil Uji Tuckey pada jarak tanam.....	57

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Selada Krispi dan Selada Mentega.....	10
Gambar 2.2 Selada Cos dan Selada Daun.....	10
Gambar 2.3 Struktur kimia <i>Tetra Ethyl Lead</i> (TEL).....	13
Gambar 2.4 Akumulasi Timbal dalam Tubuh Manusia.....	14
Gambar 2.5 Sumber Kontaminan dan Alur Paparan Pb dalam Lingkungan.....	17
Gambar 2.6 Skema umum atomisasi yang terjadi pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	25
Gambar 2.7 Rangkaian komponen instrumentasi SSA.....	30
Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Timbal (Pb).....	48
Gambar 4.2 Diagram Penentuan Oksidator Terbaik.....	53
Gambar 4.3 Diagram batang konsentrasi Pb berdasarkan jarak tanam dari jalan raya.....	57



## ABSTRAK

Fathoni, Ahmad Zulfikri. 2018. **Analisis Kadar Timbal (Pb) Dalam Selada (*Lactuca sativa L.*) Menggunakan Destruksi *Microwave* Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Romaidi, M.Si D.Sc ; Konsultan: Rif'atul Mahmudah, M.Si

---

**Kata Kunci** : Selada, Timbal, Destruksi *Microwave*, SSA

Selada memiliki nama latin *Lactuca sativa* dan termasuk famili *Asteraccae*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui analisis kadar logam timbal (Pb) dalam selada menggunakan metode destruksi basah tertutup dan dilakukan analisis dengan Uji Anova untuk mengetahui pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap kadar logam timbal (Pb) pada sampel selada.

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory*, yang meliputi: pemilihan sampel yang menggunakan, adalah selada potong atau selada daun (*Lactuca sativa L.*), pembuatan kurva standart timbal (Pb) dengan konsentrasi 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL, kemudian preparasi dengan penentuan pelarut terbaik menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan variasi zat pengoksidasi HNO<sub>3</sub> p.a : aquabides (7:1) dan HNO<sub>3</sub> p.a : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> p.a : aquabides (6:1:1), (5:2:1), (4:3:1). Lalu penentuan kadar timbal pada selada berdasarkan jarak penanaman yang berkisar pada jarak 1 meter, 10 meter, 50 meter, dan 100 meter dari jalan raya. Kemudian Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel selada yang diukur menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Hasil analisis yang didapatkan menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan signifikan antara campuran HNO<sub>3</sub> p.a + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> p.a + aquabides (6:1:1) dengan campuran HNO<sub>3</sub> p.a + aquabides (7:1). Kemudian kadar logam timbal yang didapat pada masing-masing jarak tanam 1 meter, 10 meter, 50 meter, dan 100 meter dari jalan raya secara berturut-turut adalah 2,94 mg/kg; 2,79 mg/kg; 2,55 mg/kg; dan 2,51 mg/kg yang berarti secara keseluruhan telah melampaui ambang batas minimum yang telah ditetapkan oleh SNI, yaitu sebesar 0,5 mg/kg.

## ABSTRACT

Fathoni, Ahmad Zulfikri. 2018. **Analysis of Lead (Pb) Content in Lettuce (*Lactuca sativa L*) with Microwave Digestion Method Using Atomic Absorption Spectroscopy (SSA)**. Thesis. Chemistry Dpartment, Faculty of Science and Technology Islamic state University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Supervisor II: Romaidi, M.Si D.Sc; Consultant: Rif'atul Mahmudah, M.Si

---

**Keyword** : Lettuce, Lead, *Microwave digestion*, AAS

Lettuce has the latin name *Lactuca sativa* and included in *Asteraccae* family. This research aims to know of lead metal content (Pb) in lettuce sample using *microwave* digestion method with variation of oxidizing agent composition and one way anova test was performed to determine effect of oxidation agent variation on lead metal content (Pb) in lettuce samples.

Type of this research is *experimental laboratory*, which includes : selection of sample which is used leaf lettuce (*Lactuca sativa L.*), making standard lead curves with concentration of 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL, then determination of best oxidizing agent with variation of oxidizing agent composition of HNO<sub>3</sub> p.a : aquabidest (7:1) and HNO<sub>3</sub> p.a : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> p.a : aquabides (6:1:1), (5:2:1), (4:3:1). Than, determination of lead levels in lettuce based on planting distance from highway is 1 meter, 10 meter, 50 meter, and 100 meter. Determination of lead levels in every lettuce sample using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

Result of the analysis shows that there is no significant difference from mixture of HNO<sub>3</sub> p.a : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> p.a : aquabides (6:1:1) with a mixture of HNO<sub>3</sub> p.a : aquabides (7:1). And the lead levels contained at each spacing of 1 meter, 10 meter, 50 meter, and 100 meter from highway respectively is 2,94 mg/kg; 2,79 mg/kg; 2,55 mg/kg; dan 2,51 mg/kg, which mean that overral exceeds the minimum levels that has been set by SNI, le 0,5 mg/kg.

## المخلص

ذو الفكر فاطنى, احمد. ٢٠١٧. تحليل محتوى الحديد الرصاص (Pb) فى الخس (*Lactuca sativa L.*) باستخدام تدمير الميكروويف و بأداة الذري الطيفي الاستيعاب (SSA). البحث الجامعي. قسم علم الكيمياءى. كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة ١: ديانا جنديرا دوي الماجستير؛ المشرفة ٢: رفعة المحمودة الماجستير؛

الكلمة الرئيسية: الخس, تدمير الميكروويف, SSA.

الخس لديه اسم اتيني *Lactuca sativa* وهو احد من عائلة *Asteraccae*. الهدفة هذه الدراسة لتعريف محتوى الحديد الرصاص فى الخس بطريق التدمير الرطب المغلق بمحتوى عامل المؤكسد و من ذلك يحصل تحليل المعادن الأقصى و الأكفا. لأن عامل المؤكسد أشد تأثره فى امتصاص المعادن الذي يحلل به. ثم يحلل بأنوفا لتعريف تأثير اختلاف عامل المؤكسد فى الخس.

وكانت هذه الدراسة مختبر تجريبي و تقسيمها تخيير الخس قطع الخس أو أوراق الخس. و تصنيع المنحنى القياسى من الخس بحجم ٠,٥ و ١ و ٢ و ٤ و ٧ مليلتر. ثم تحديد أفضل مذيب بأداة SSA بمحتوى عامل المؤكسد  $\text{HNO}_3$  : aquabidest (٧:١) و  $\text{HNO}_3$  :  $\text{H}_2\text{O}_2$  : aquabides (٦:١:١), (٥:٢:١), (٤:٣:١). ثم تحديد محتوى الحديد الرصاص فى الخس فى ١ و ١٠ و ١٠٠ مترا من بعد تنبيته الى الشارع. ثم تحديد محتوى الحديد الرصاص بأداة الذري الطيفي الاستيعاب (SSA).

لن نتائج التحليل باتجاه واحد أنوفا فى أفضل المدمير  $\text{HNO}_3$  p.a +  $\text{H}_2\text{O}_2$  p.a + aquabides (٦:١:١). وكان محتوى الحديد الرصاص فى الخس فى ١ و ١٠ و ١٠٠ مترا من بعد تنبيته الى الشارع هم ٢,٩٤ و ٢,٧٩ و ٢,٥١ مغ/كغ حتى انهم تجاوز الحد الأدنى الذي حدده SNI هى ٠,٥ مغ/كغ.

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 2.1. Latar Belakang

Kota Batu merupakan kota pariwisata dengan basis pertanian. Pemerintah mengharapkan sektor pertanian dan pariwisata dapat saling bersinergi, yaitu dengan cara hotel dan restoran di kota Batu menggunakan bahan baku (hasil produk) pertanian lokal. Sektor pertanian yang paling dominan di Batu adalah tanaman hortikultura, yaitu jenis sayur-sayuran, dan tanaman hias. Di Desa Sumberejo para petaninya sangat dominan menanam sayur-sayuran dan didukung penuh oleh pemerintah Kota Batu dengan mengajak para petaninya untuk memulai menanam sayuran organik (Koordinator Statistik Kecamatan Batu, 2015). Desa Sumberejo mempunyai lahan pertanian yang di dalamnya terdapat berbagai jenis tanaman seperti seledri, brokoli, selada, bunga dan sebagainya. (Ridwan, 2015).

Sayuran merupakan bahan makanan pokok yang dikonsumsi sehari-hari oleh masyarakat, dimana di dalamnya banyak sekali terkandung zat-zat gizi seperti vitamin dan mineral (Putri, dkk. 2015). Fakta bahwa makanan yang harus dikonsumsi manusia adalah tumbuhan telah termaktub dalam QS. ‘Abasa ayat 27-32 yang berbunyi :

فَأَنْبَتْنَا فِيهَا حَبًّا (27) وَعِنَبًا وَقَضْبًا (28) وَزَيْتُونًا وَنَخْلًا (29) وَحَدَائِقَ غُلْبًا (30)  
وَفَاكِهَةً وَأَبًّا (31) مَتَاعًا لَكُمْ وَلِأَنْعَامِكُمْ (32)

“Lalu kami tumbuhkan biji-bijian di bumi itu, (27) Anggur dan sayur-sayuran, (28) Zaitun dan kurma, (29) Kebun-kebun (yang) lebat, (30) Dan buah-buahan serta rumput-rumputan,(31) Untuk kesenanganmu dan untuk binatang-binatang ternakmu (32).”

Selada (*Lactuca sativa L.*) merupakan salah satu tanaman sayuran yang memiliki nilai ekonomi tinggi. Tanaman selada dibudidayakan untuk diambil daunnya dan dimanfaatkan terutama untuk lalapan, pelengkap sajian masakan dan hiasan hidangan (Setyaningrum dan Saparinto, 2011). Selada merupakan jenis sayuran yang dikonsumsi langsung (sebagai lalapan) tanpa harus dimasak sebelumnya. Penggunaan sayur lalapan pada produk makanan di masyarakat sudah cukup luas. Sayuran ini apabila tidak dicuci dengan baik dan benar bisa saja masih mengandung bahan-bahan pencemar berbahaya, seperti timbal yang menempel pada bagian sayur tersebut dan mengakibatkan dampak buruk bagi manusia apabila terakumulasi di dalam tubuh (Putri dkk, 2015).

Logam timbal merupakan logam yang tahan korosi, mempunyai titik lebur sekitar 327,5°C. Keberadaan logam timbal (Pb) didalam tubuh maksimal 10 µg/L. Timbal bersifat toksik jika terhirup atau tertelan oleh manusia (Supriyanto, 2007). Apabila makanan atau minuman yang mengandung logam berat timbal (Pb) dalam jumlah tinggi masuk kedalam tubuh manusia akan mengakibatkan gangguan pada sistem saraf, pertumbuhan fisik terhambat, gangguan reproduksi, peka terhadap penyakit infeksi, kelumpuhan dan kematian dini, serta dapat juga menurunkan tingkat kecerdasan anak (Darmono, 1995).

Sayuran dapat mengandung logam timbal yang cukup tinggi jika ditanam didekat jalan raya. Hal ini disebabkan adanya salah satu kontaminasi dari debu dan asap kendaraan dari bahan bakar yang mengandung timbal. Sayuran yang dikonsumsi oleh masyarakat pada saat ini dimungkinkan kurang terjamin kesehatannya, khususnya yang ditanam disekitar jalan yang dilalui oleh kendaraan bermotor. Pencemaran udara yang disebabkan oleh gas buang kendaraan bermotor ini merupakan hasil samping pembakaran dalam mesin kendaraan yang



menggunakan senyawa *Tetra Ethyl Lead* (TEL). Zat aditif tersebut sebagai bahan anti ketuk pada mesin kendaraan bermotor. Selain itu juga di tambahkan senyawa etilen klorida dan etilen dibromida sehingga akan mengeluarkan hasil sisa pembakaran berupa timbal klorida dan timbal dibromida yang akan dikeluarkan bersama asap kendaraan bermotor (Widaningrum, 2007).

Pemasok logam berat dalam tanah pertanian antara lain bahan agrokimia (pupuk dan pestisida), asap kendaraan bermotor, bahan bakar minyak, buangan limbah rumah tangga, industri, dan pertambangan (Alloway, 1995). Menurut Alina dan Henry (1989), kandungan logam Pb dalam pupuk pospat (TSP) berkisar antara 3,20-6,10  $\mu\text{g/g}$  (ppm). Menurut Surtipanti, dkk (1992), kandungan logam Pb dalam pupuk pospat (TSP) berkisar antara 7-225  $\mu\text{g/g}$  (ppm). Kontaminasi logam timbal (Pb) pada air bisa disebabkan karena pembuangan limbah industri ke sungai dan perairan tersebut yang dimanfaatkan untuk irigasi pertanian. Logam timbal (Pb) yang ada di tanah berasal dari pemakaian yaitu pestisida dan insektisida untuk pertanian. Sumber logam timbal (Pb) lewat tanah terjadi ketika partikel logam timbal (Pb) yang berterbangan di udara akan terbawa oleh air hujan sehingga senyawa logam timbal (Pb) yang terlepas di udara sebagai aerosol, oleh adanya angin dapat jatuh ke tanah, sehingga logam timbal (Pb) diserap oleh akar tanaman (Darmono, 1995).

Jika tanah yang ditanami sayuran ini merupakan tanah yang subur, juga penggunaan pupuk yang tidak berlebihan, dimungkinkan akan dihasilkan sayuran yang bagus dan mengandung vitamin serta mineral yang baik untuk kesehatan tubuh. Namun jika sebaliknya, maka akan menimbulkan penyakit. Hal ini ternyata juga sesuai dengan yang telah termaktub dalam QS. Al-A'raf ayat 58 yang berbunyi :

وَالْبَلَدُ الطَّيِّبُ يَخْرُجُ نَبَاتُهُ بِإِذْنِ رَبِّهِ وَالَّذِي خَبُثَ لَا يَخْرُجُ إِلَّا نَكِدًا كَذَلِكَ نُصَرِّفُ  
الْآيَاتِ لِقَوْمٍ يَشْكُرُونَ

“Dan tanah yang baik, tanaman-tanamannya tumbuh subur dengan seizin Allah; dan tanah yang tidak subur, tanaman-tanamannya hanya tumbuh merana. Demikianlah kami mengulangi tanda-tanda kebesaran (kami) bagi orang-orang yang bersyukur (58).”

Penelitian yang telah dilakukan oleh Hidayati, dkk (2011) pada kangkung air dengan variasi jarak tanam 0, 3, 30, dan 300 meter dari jalan raya, diperoleh hasil kandungan logam Pb lebih tinggi berada pada sampel dengan jarak nol meter dengan kandungan logam Pb sebesar 11,5 ppm. Selain itu penelitian yang dilakukan oleh Triani (2010), diperoleh hasil kandungan logam Pb berkisar 1,64 – 2,82 mg/kg pada kangkung yang ditanam di Jalan Ida Bagus Matra Denpasar. Hasil tersebut melebihi ambang batas maksimum cemaran logam Pb dalam bahan pangan khususnya buah dan sayur sebesar 0,5 mg/kg (SNI 7387:2009). Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Putri, dkk (2015) tentang analisis kadar Pb pada tanaman selada dengan variasi jarak 0 meter, 5 meter, 20 meter, dan 25 meter dari jalan raya di pasar Kampung Lalang Medan, menghasilkan cemaran logam Pb tertinggi pada jarak 0 meter dari jalan raya sebesar 1,43 mg/kg.

Salah satu metode analisis logam timbal pada sayuran adalah dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Menurut Dewi (2005), SSA merupakan suatu alat yang teknik analisisnya berdasarkan absorpsi radiasi elektromagnetik oleh atom-atom yang tidak tereksitasi. SSA digunakan untuk analisis logam berat seperti Zn, Cu, Pb, Fe dan lain-lain. Sedangkan kelebihan memakai metode ini yaitu memiliki sensitivitas yang tinggi, analisisnya teliti dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana dan tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam

pelaksanaannya serta memberikan kadar total logam timbal dalam sampel Darmono (1995).

Destruksi yaitu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis. Isilah destruksi ini disebut perombakan, yaitu dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal dalam ilmu kimia yaitu destruksi basah (oksidasi basah) dan destruksi kering (oksidasi kering) (Mulyani, 2007). Menurut Muchtadi, (2009), keuntungan destruksi basah adalah suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur.

Pada proses destruksi, variasi zat pengoksidasi juga penting dilakukan. Penggunaan variasi zat pengoksidasi terbaik bertujuan untuk mendapatkan kadar logam yang maksimal karena jenis pelarut sangat berpengaruh terhadap destruksi sampel yang akan dianalisis (Rohman, 2007). Menurut Mulyani, (2007), penggunaan zat pengoksidasi  $\text{HNO}_3$  pekat berfungsi untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah agar tidak kehilangan mineralnya. Dengan demikian komponen yang dapat menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik.

Septiana (2011) melakukan penelitian tentang efektivitas metode destruksi dengan microwave untuk analisis kalsium dan magnesium dalam daun pegagan dan menunjukkan hasil bahwa metode destruksi basah dengan microwave ini dapat dijadikan metode alternatif dalam preparasi sampel tanaman. Penelitian oleh Jalbani dkk (2014) tentang analisis unsur beracun Pb pada beras dengan metode destruksi basah konvensional digunakan zat pengoksidasi campuran  $\text{HNO}_3$  65% +  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% (2:1). Hasil akhir analisis didapatkan kadar tertinggi Pb diketahui  $0,282 \pm 0,013$  mg/kg pada beras putih. Sedangkan pada beras merah diketahui

kadar Pb tertinggi adalah  $0,713 \pm 0,058$  mg/kg. Sedangkan Vera (2011) melakukan analisis kadar logam timbal (Pb) dalam buah lengkung menggunakan metode *microwave digestion system* dengan zat pendestruksi  $\text{HNO}_3$  dan didapatkan kadar rata-rata sebesar 0,3392 mg/kg.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kadar cemaran logam timbal (Pb) dalam sampel selada ketika masih berada di lahan pertanian dengan mempertimbangkan jarak tanam dengan jalan raya sejauh 1 meter, 10 meter, 50 meter dan 100 meter. Analisis ini menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan variasi zat pengoksidasi  $\text{HNO}_3$  p.a + aquabidest (7:1);  $\text{HNO}_3$  p.a +  $\text{H}_2\text{O}_2$  p.a + aquabidest (6:1:1); (5:2:1); (4:3:1). Variasi zat pengoksidasi terbaik digunakan untuk mencari zat terbaik untuk mendestruksi selada. Sedangkan untuk mengetahui apakah ada pengaruh antara jarak tanam dari jalan raya dengan kadar logam timbal (Pb), maka dilakkan uji *one way annova*.

Oleh sebab itu, penelitian terhadap kandungan cemaran logam dalam makanan khususnya pada selada yang tinggi jumlah konsumennya perlu dilakukan, karena seiring dengan tingginya kebutuhan akan sayur-sayuran untuk tubuh setiap individu maka perhatian terkait kehalalan serta nilai gizi sayur-sayuran pada makanan harus diperhatikan sehingga kasus keracunan cemaran logam berat khususnya timbal (Pb) dapat terminimalisir.

## 2.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah diuraikan maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan sebagai berikut :

1. Apa zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel sayur Selada menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) ?

2. Berapakah kadar timbal (Pb) dalam sampel sayur selada ketika berada pada lahan pertanian pada jarak tertentu dari jalan raya ?

### 2.3. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Untuk mengetahui zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel sayur selada menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).
2. Untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) dalam sampel sayur selada ketika berada pada lahan pertanian pada jarak tertentu dari jalan raya.

### 2.4. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sampel yang digunakan adalah sayur Selada daun atau selada potong (*Lactuca Sativa L.*) yang ditanam di daerah wisata petik sayur desa Sumberejo, kota Batu.
2. Variasi jarak pengambilan sampel dari lahan pertanian adalah 1 meter, 10 meter, 50 meter dan 100 meter dari jalan raya.
3. Metode destruksi yang digunakan adalah destruksi basah tertutup menggunakan *microwave digestion*.
4. Zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO<sub>3</sub> p.a + aquabidest (7:1); HNO<sub>3</sub> p.a + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> p.a + aquabidest (6:1:1); (5:2:1); (4:3:1).

### 2.5. Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini diantaranya yaitu sebagai berikut :



- 1) Memberikan informasi tentang zat pengoksidasi terbaik untuk destruksi basah pada sampel sayuran, khususnya selada.
- 2) Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai besarnya kadar logam timbal (Pb) pada sayur selada pada lahan pertanian dengan perbandingan jarak tanam terhadap jalan raya serta kesesuaian dengan standart SNI.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Selada

Selada adalah tumbuhan sayur yang biasa ditanam di daerah beriklim sedang maupun daerah tropis yang diduga berasal dari Asia Barat dan Amerika. Daerah penyebaran selada antara lain Karibia, Malaysia, Afrika Timur, Afrika Tengah, Afrika Barat, dan Filipina. Di Indonesia, selada belum berkembang pesat sebagai sayuran komersial. Daerah yang banyak ditanami selada masih terbatas pada pusat-pusat produsen sayur seperti Cipanas dan Lembang (Haryanto, 2003).

Kedudukan selada dalam sistematika tumbuhan diklasifikasikan sebagai berikut :

Kerajaan	: Plantae
Divisi	: Spermathopyta
Subdivisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledoneae
Bangsa	: Asterales
Suku	: Asteraceae
Marga	: Lactuca
Jenis	: <i>Lactuca sativa</i> L. (Saparinto, 2013)

Menurut Haryanto (2003), selada yang umum dibudidayakan saat ini dapat dikelompokkan menjadi empat macam tipe, yaitu sebagai berikut :

a) Selada krispi

Ciri selada ini adalah daun agak lepas. Jenis ini sangat populer di Inggris dan juga Amerika Serikat. Dibandingkan tipe mentega, tipe krispi lebih tahan terhadap kekeringan dan kropnya lebih padat.

b) Selada Mentega

Ciri selada tipe mentega ialah membentuk krop dengan daun yang tidak terlalu keriting. Jenis ini sangat terkenal di Amerika Serikat. Pertumbuhannya sangat cepat dan daunnya halus. Jenis selada memang didominasi oleh varietas musim panas sehingga cukup gampang beradaptasi dengan iklim Indonesia.



**Gambar 2.1** Selada Krispi dan Selada Mentega (Haryanto, 2003)

c) Selada kepala rapuh atau Selada cos

Konsumsi luar negeri mengenalnya sebagai selada cos atau seada romaine lettuce. Selada jenis ini mempunyai krop yang lonjong, daunnya lebih tegak dibandingkan daun selada yang umumnya menjuntai kebawah. Ukurannya besar dengan daun berwarna hijau tua. Meskipun sedikit liat, selada jenis ini rasanya enak, namun lambat pertumbuhannya.

d) Selada daun atau selada potong

Selada jenis ini helaian daunnya lepas dan tepiannya berombak atau bergerigi serta berwarna hijau atau merah. Selain dikonsumsi langsung, selada jenis ini banyak dipakai sebagai hiasan untuk aneka masakan.



**Gambar 2.2** Selada cos dan Selada daun (Haryanto, 2003)

Menurut data yang tertera dalam daftar komposisi makanan yang diterbitkan oleh Direktorat Gizi Departemen Kesehatan Kesehatan, komposisi zat-zat makanan yang terkandung dalam setiap 100 g berat basah selada adalah seperti disajikan dalam tabel di bawah ini :

**Tabel 2.1** Kandungan Gizi Selada

<b>Kandungan Gizi</b>	<b>Jumlah</b>
Protein	1,2 mg
Lemak	0,2 mg
Karbohidrat	2,9 mg
Vitamin A	162 mg
Vitamin B	0,04 mg
Vitamin C	0,8 mg
Kalsium	22 mg
Phospor	25 mg
Besi	0,5 mg

Sumber : Direktorat Gizi. Departemen Kesehatan RI, 1979

Selain memiliki kandungan vitamin dan zat gizi yang penting bagi kesehatan, selada memiliki sifat dapat mendinginkan tubuh. Dengan demikian, selada berfungsi sebagai obat panas dalam (Purnamisari, 2012). Selada memiliki banyak manfaat antara lain dapat memperbaiki organ dalam, mencegah panas dalam, melancarkan metabolisme, membantu menjaga kesehatan rambut, mencegah kulit menjadi kering, dan dapat mengobati insomnia. Kandungan gizi yang terdapat pada selada adalah serat, provitamin A (karotenoid), kalium, dan kalsium (Supriati dan Herliana, 2014). Sebagian besar selada dikonsumsi mentah dan merupakan komponen utama dalam pembuatan salad, karena mempunyai

kandungan air tinggi tetapi karbohidrat dan protein rendah (Rubatzky dan Yamaguchi, 1998).

## 2.2. Timbal (Pb)

### 2.2.1. Karakteristik Timbal (Pb)

Timbal atau dalam keseharian lebih dikenal dengan nama timah hitam, dalam bahasa ilmiahnya adalah *plumbum* dan disimbolkan dengan Pb. Timbal adalah logam yang berwarna abu-abu kebiruan mengkilat, dengan rapatan yang tinggi (11,48 gr/mL pada suhu kamar). Timbal memiliki nomor atom 82, bersifat lunak, dengan titik leleh 328°C dan titik didih 174°C. Timbal merupakan kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia (Widowati, 2008).

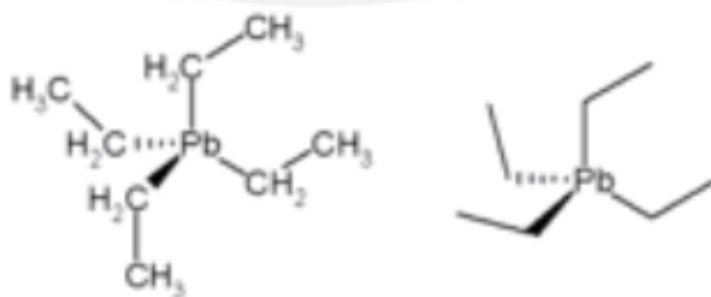
Timbal bersifat lentur, mudah dimurnikan dari pertambangan, sangat rapuh dan mengkerut pada pendinginan, sulit larut dalam air dingin, air panas dan air asam. Timbal dapat larut dalam asam nitrit, asam asetat dan asam sulfat pekat. Bentuk oksidasi yang paling umum adalah timbal (II) dan senyawa organometalik yang terpenting adalah *Tetra Ethyl Lead* (TEL), *Tetra Methyl Lead* (TML) dan timbal stearat (Saryan dan Zenz, 1994).

Menurut Palar (1994) logam timbal (Pb) mempunyai sifat-sifat yang khusus seperti sifatnya yang lunak, sehingga dapat dipotong dengan menggunakan pisau atau dengan tangan dan dapat dibentuk dengan mudah. Merupakan logam yang tahan terhadap peristiwa korosi atau karat, sehingga logam timbal sering digunakan sebagai bahan coating. Mempunyai titik lebur rendah hanya 327,5°C. Mempunyai kerapatan yang lebih besar dibandingkan dengan logam-logam, kecuali emas dan merkuri, juga pengantar listrik yang baik.



Logam Pb telah ditambang dan digunakan selama berabad-abad yang lalu, sehingga dianggap sebagai logam tertua. Sifatnya yang mudah didapatkan dari galena (PbS) dan mudah ditempa. Sedangkan menurut Fardiaz (1992), timbal biasanya digunakan dalam bentuk timbal dioksida (PbO<sub>2</sub>) pada produksi baterai penyimpan untuk mobil. Dalam produk-produk logam seperti amunisi, pelapis kabel, pipa, dan solder, bahan kimia, pewarna (cat), dan lain-lain. Dalam produk-produk tahan karat, timbal digunakan dalam bentuk *alloy*, seperti pipa-pipa yang digunakan untuk mengalirkan bahan kimia yang korosif. Digunakan sebagai campuran dalam pembuatan pelapis keramik yang disebut *glaze*, dalam bentuk PbO untuk membentuk sifat mengkilap pada keramik. Digunakan sebagai bahan aditif pada bahan bakar bensin dalam bentuk *Tetra Ethyl Lead* (TEL) untuk mengurangi letupan (*anti-knocking*) pada proses pembakaran oleh mesin kendaraan.

TEL merupakan senyawa organologam yang beracun dengan rumus kimia (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>Pb. TEL tidak berwarna, larut dalam bensin dan bersifat lipofilik. TEL banyak digunakan di Amerika Serikat sebagai aditif bensin karena kemampuannya untuk meningkatkan angka oktana dan dapat mencegah terjadinya pembakaran spontan (*knocking*) di dalam mesin (Wijaya, 2012).



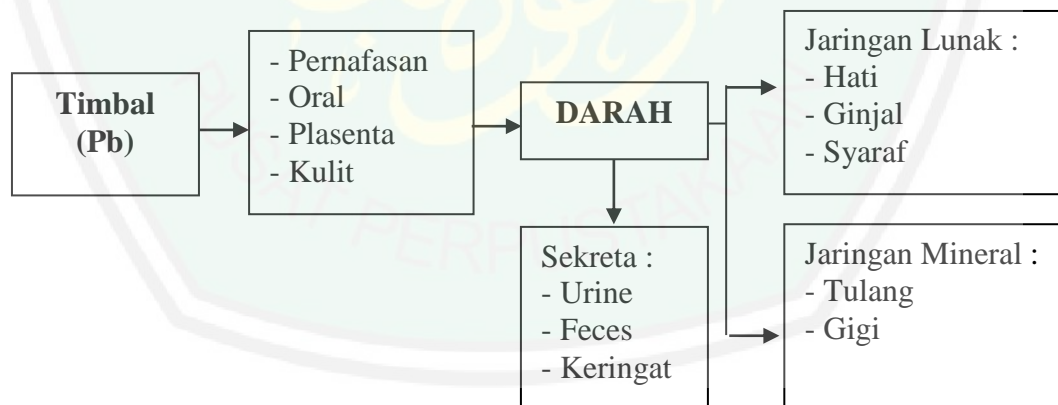
**Gambar 2.3** Struktur kimia *Tetra Ethyl Lead* (TEL) (Michael, 2000)

### 2.2.2. Toksisitas Timbal (Pb)

Timbal adalah logam berat yang dapat menyebabkan keracunan dan terakumulasi dalam tubuh manusia. Mekanisme masuknya timbal ke dalam tubuh manusia dapat melalui sistem pernafasan, oral, ataupun melalui permukaan kulit (Naria, 2005).

Menurut WHO (1977), besarnya tingkat keracunan timbal dapat dipengaruhi oleh umur, anak-anak mengabsorpsi Pb lebih banyak dari orang dewasa. Anak-anak juga lebih rentan sehingga dapat terjadi efek keracunan pada kandungan Pb yang rendah dalam darah. Pada pengaruh jenis kelamin, wanita lebih rentan dibandingkan dengan pria. Musim panas akan meningkatkan daya racun timbal. Peningkatan asam lambung akan meningkatkan absorbs timbal, dan peminum alkohol lebih rentan terhadap timbal.

Akumulasi Timbal (Pb) dalam tubuh dapat dilihat pada bagan di bawah ini :



**Gambar 2.4** Akumulasi timbal dalam tubuh manusia (DepKes RI, 2001).

Kira-kira 40% dari timbal yang masuk melalui pernafasan, diabsorpsi sampai ke saluran pernafasan. Sekitar 5-10% dari senyawa timbal yang masuk diserap oleh saluran gastrointestinal (Naria, 2005). Timbal juga akan

didistribusikan ke darah, cairan ekstraseluler dan beberapa tempat deposit. Tempat deposit timbal berada di jaringan lunak (hati, ginjal, dan syaraf) dan jaringan mineral (tulang dan gigi) (Fardiaz, 2001). Timbal dalam darah akan dapat dideteksi dalam waktu paruh sekitar 20 hari, sedangkan ekskresi timbal dalam tubuh secara keseluruhan terjadi dalam waktu paruh sekitar 28 hari. Dari darah dan tempat deposit, timbal kemudian diekskresikan melalui *urine*, *feces*, dan keringat (Riyadina, 1997).

Kadar maksimum Pb yang masih dianggap aman dalam darah anak-anak sesuai dengan yang diperkenankan WHO dalam Depkes (2001) adalah 10 µg/dl darah. Sedangkan untuk orang dewasa adalah 10-25 µg/dl darah. Penimbunan timbal berpotensi menimbulkan dampak jangka panjang atau efek kronis. Timbal yang ditimbun dalam tulang seorang perempuan yang sedang mengandung, dimobilisasi dan masuk ke dalam peredaran darah, lalu masuk ke janin dan pada gilirannya mengganggu kesehatan janin.

Pada anak-anak paparan kronik timbal dapat menyebabkan anak menjadi hiperaktif dan penurunan kecerdasan. Setiap kenaikan kadar timbal dalam darah sebesar 10-20 µg/dl, dapat menurunkan IQ rata-rata sebesar 3 poin. Oleh *International Agency for Research on Cancer* (IARC) timbal dinyatakan bersifat karsinogenik kategori 2B (BPOM, 2007).

Dampak kronis dari keterpaparan timbal diawali dengan kelelahan, kelesuan, iritabilitas, dan gangguan gastrointestinal. Keterpaparan yang terus-menerus pada sistem syaraf pusat menunjukkan gejala insomnia (susah tidur), bingung atau pikiran kacau, konsentrasi berkurang, dan gangguan ingatan. Beberapa gejala lain yang diakibatkan keterpaparan timbal secara kronis di antaranya adalah kehilangan libido, infertilitas pada laki-laki, gangguan

menstruasi, serta aborsi spontan pada wanita (Naria, 2005). Selain itu, timbal juga dikenal sebagai penghambat sterilitas, keguguran, dan kematian janin (Piotrowski & Coleman, 1980).

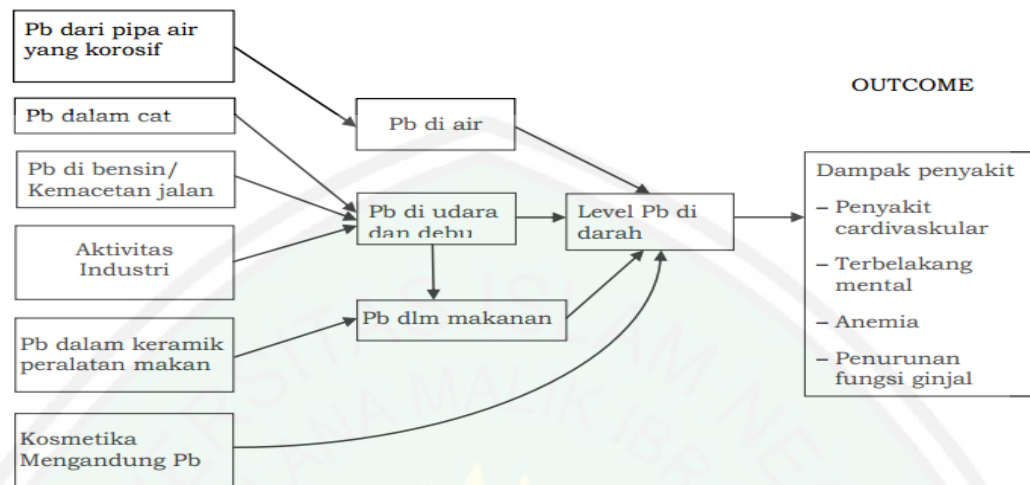
### **2.2.3. Sumber Pencemaran Logam Timbal**

Sumber pencemaran logam timbal dapat berasal dari sumber alamiah dan dari aktivitas manusia. Logam Timbal (Pb) secara alami telah tersebar di alam, yakni: batuan, dimana bumi mengandung timbal (Pb) sekitar 13 mg/kg. Menurut Mukono (2002), dinyatakan bahwa kadar Timbal (Pb) pada batuan sekitar 10-20 mg/kg. Pada tanah, rerata Timbal (Pb) yang terdapat di permukaan tanah adalah sebesar 5-25 mg/kg. Pada tumbuhan, secara alamiah tumbuhan dapat mengandung timbal (Pb) yaitu berkisar 2,5 mg/kg berat daun kering.

Pada air, analisis air tanah menunjukkan kadar timbal (Pb) sebesar 1-60  $\mu\text{g/l}$ , sedangkan analisis air permukaan terutama pada sungai dan danau menunjukkan angka antara 1-10  $\mu\text{g/l}$ . Kadar timbal (Pb) pada air laut lebih rendah dari air tawar. Di pantai California (USA) kadar timbal (Pb) menunjukkan kadar 0,08-0,4  $\mu\text{g/l}$ . Pada udara, dalam keadaan alamiah menurut Mukono (2002), kadar timbal (Pb) di udara 0,0006  $\mu\text{g/m}^3$ . Sedangkan penelitian di daerah tanpa penghuni di pegunungan California (USA) menunjukkan kadar timbal (Pb) sebesar 0,008  $\mu\text{g/m}^3$ .

Sumber kontaminan timbal di perkotaan ada dua, yaitu lewat udara dan dari bahan makanan. Pencemaran lewat udara terutama berasal dari asap buangan kendaraan bermotor. Data yang dikeluarkan Badan Pengawasan dampak Lingkungan (Bapedal) DKI tahun 1998, kadar timbal di udara Jakarta rata-rata telah mencapai 0,5 mg per meter kubik udara. Untuk kawasan tertentu, seperti

terminal bus dan daerah padat lalu lintas, kadar timbal bisa mencapai 2-8 mg per meter kubik udara (Astawan, 2005).



**Gambar 2.5** Sumber Kontaminan dan Alur Pajanan Pb dalam Lingkungan(Gusnita, 2012).

Logam Pb yang mencemari udara terdapat dalam dua bentuk, yaitu dalam bentuk gas dan partikel-partikel. Gas timbal terutama berasal dari pembakaran bahan aditif bensin dari kendaraan bermotor yang terdiri dari tetraetil Pb dan tetrametil Pb. Partikel-partikel Pb di udara berasal dari sumber-sumber lain seperti pabrik-pabrik alkali Pb dan Pb oksida, pembakaran arang dan sebagainya (Fardiaz, 1992).

Menurut Darmono (1995), kontaminasi logam timbal (Pb) pada air bisa disebabkan karena pembuangan limbah industri ke sungai dan perairan tersebut yang dimanfaatkan untuk irigasi pertanian. Logam timbal (Pb) yang ada di tanah berasal dari pemakaian yaitu pestisida dan insektisida untuk pertanian. Sumber logam timbal (Pb) lewat tanah terjadi ketika partikel logam timbal (Pb) yang berterbangan di udara akan terbawa oleh air hujan sehingga senyawa logam timbal (Pb) yang terlepas di udara sebagai aerosol, oleh adanya angin dapat jatuh ke tanah, sehingga logam timbal (Pb) diserap oleh akar tanaman.



Pemasok logam berat dalam tanah pertanian antara lain bahan agrokimia (pupuk dan pestisida), asap kendaraan bermotor, bahan bakar minyak, pupuk organik, buangan limbah rumah tangga, industri, dan pertambangan (Alloway, 1990).

**Tabel 2.2** Kisaran umum konsentrasi Logam Berat pada Pupuk, Pupuk Kandang, dan Kompos (mg/kg)

Unsur	Pupuk Fosfat	Pupuk Nitrat	Pupuk Kandang	Kompos
Cd	0,1-170	0,05-8,5	0,1-0,8	0,01-100
Cu	1-300	-	2-172	13-350
Hg	0,01-1,2	0,3-2,9	0,01-0,36	0,09-21
Pb	7-22,5	2-2,7	1,1-2,7	1,3-22,4

Sumber: Alloway (1990).

Logam Pb yang terkandung dalam bensin sangatlah berbahaya, sebab pembakaran bensin akan mengemisikan 0,09 gram timbal tiap 1 km. bila di Jakarta, setiap harinya juta unit kendaraan bermotor yang bergerak sejauh 15 km akan mengemisikan 1,35 ton Pb/hari (Gusnita, 2012). Sedangkan berdasarkan data PT. Pertamina (2007) dalam Ariawan (2016) mengatakan bahwa salah satu spesifikasi bahan bakar jenis *premium* masih mempunyai kadar timbal, dengan kadar maksimum 0,013 gr/l meskipun pada jenis bahan bakar lain seperti *Pertalite* dan *Pertamax* sudah bebas timbal.

Menurut *Environment Project Agency* sekitar 25% logam berat timbal (Pb) tetap berada dalam mesin dan 75% lainnya akan mencemari udara sebagai asap knalpot. Emisi Pb dari gas buangan tetap akan menimbulkan pencemaran udara dimanapun kendaraan itu berada, tahapannya adalah sebagai berikut: Sebanyak 10% akan mencemari lokasi dalam radius kurang dari 100 m, 5% akan mencemari

lokasi dalam radius 20 km, dan 35% lainnya terbawa atmosfer dalam jarak yang cukup jauh (Surani, 2002).

**Tabel 2.3** Beberapa komposisi pada bahan bakar bermotor

Parameter	Premium Unleaded	Pertamax, Pertamax Plus	Current Quality		Future Plan, 2012	
	Properties according to Indonesia Government. (Current Spec. for Unleaded Gasoline)		Euro2	AAF1	Euro-4	AAF-4, April 2007
ON, Min	88	91/95	91/95	91/95/98		91/95/98
Pb, g/l,max	0.013	none	0.013	0.013	ND	ND
Oksigen, max %wt	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7	2.7
Benzene, Max, %vol	-	5	5	5	1	1
Aromatics,Max	-	50/40	-	-	35	35
Olefins,Max	-	*	-	-	18	18
Sulfur, max ppm	500	500	500	500	50	50
T-50, 0C	88-125	77-110	-	75-110	-	75-105
RVP, max Kpa	62	45-60	70	65	60	60

Sumber: <https://kupasmotor.wordpress.com/2016/05/18/>

### 2.3. Destruksi Basah Tertutup (*Microwave*)

Menurut Mulyani (2007), destruksi adalah perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis. Isilah destruksi ini disebut perombakan, yaitu dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal dalam ilmu kimia yaitu destruksi basah (oksidasi basah) dan destruksi kering (oksidasi kering).

Destruksi sampel dilakukan untuk memutuskan ikatan antara unsur logam dengan matriks sampel agar diperoleh logam dalam bentuk bebas sehingga dapat dianalisis dengan spektroskopi serapan atom (Raimon, 1993). Sebagian besar teknik analisis yang digunakan di laboratorium, termasuk spektroskopi serapan atom membutuhkan sampel dalam bentuk cairan. Oleh karena itu, perlu dilakukan destruksi bila sampel yang digunakan adalah sampel padatan (Anderson, 1999).

Menurut Raimon (1993) ada beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam hal menggunakan metode destruksi terhadap sampel. Apakah dengan destruksi basah atautkah kering, antara lain sifat matriks dan konstituennya yang terkandung di dalamnya. Jenis logam yang akan dianalisis, serta metode yang akan digunakan untuk penentuan kadarnya. Selain itu, untuk memilih prosedur yang tepat perlu diperhatikan beberapa faktor antara lain: waktu yang diperlukan untuk analisis, biaya yang diperlukan, ketersediaan bahan kimia, dan sensitivitas metode yang digunakan.

Menurut Sumardi (1981), metode destruksi basah lebih baik daripada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi seperti destruksi kering. Sedangkan destruksi basah dilakukan dengan pengabuan pada suhu rendah. Hal ini merupakan salah satu faktor mengapa cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama.

Destruksi basah dikelompokkan menjadi dua jenis sistem, yakni sistem tertutup dan sistem terbuka. Sistem destruksi terbuka adalah pemanasan campuran sampel dan reagen secara terbuka dengan menggunakan *hot plate*. Sedangkan sistem destruksi tertutup adalah reaksi pemecahan dan pelarutan dilakukan dalam wadah tertutup, sehingga lebih aman dari proses penguapan dan pemuaihan bahan (Namik, dkk. 2006). Menurut Kartikasari (2016) menganalisis kadar logam timbal (Pb) pada apel menggunakan destruksi basah sistem tertutup diperoleh kadar logam timbal (Pb) 13,318 mg/kg dan sistem terbuka diperoleh kadar 5,578 mg/kg. Hasil ini menunjukkan bahwa destruksi basah tertutup lebih baik dari pada destruksi basah terbuka menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Rodiana(2013) mengemukakan bahwa untuk memperbaiki kelemahan dari metode destruksi asam terbuka, maka digunakan metode asam tertutup. Salah satu caranya adalah penggunaan gelombang mikro dalam proses destruksi yang 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.

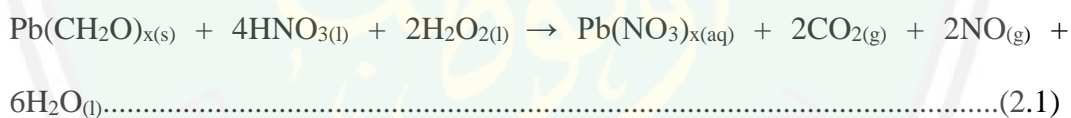
Destruksi menggunakan microwave merupakan modifikasi dari metode destruksi basah biasa. Metode destruksi ini telah banyak digunakan dalam proses penyiapan sampel sebelum dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom. Larutan asam ditambahkan ke dalam sampel kemudian didestruksi selama 5-40 menit. Destruksi dengan microwave menggunakan bejana yang kedap udara sehingga waktu yang digunakan untuk mendestruksi sampel lebih singkat dan dalam satu kali proses dapat langsung mendestruksi 8-12 sampel sehingga kerja peneliti menjadi lebih singkat. Inilah yang membedakan destruksi menggunakan *microwave* dengan destruksi basah biasa yang hanya menggunakan labu Erlenmeyer terbuka (tidak kedap) yang dipanaskan di atas penangas listrik (Anderson, 1999).

Menurut Jalbani (2014), metode *Microwave digestion* merupakan metode yang murah, cepat, lebih sedikit membutuhkan larutan asam, dan membutuhkan sedikit waktu dalam proses destruksi sampel jika dibandingkan dengan destruksi basah konvensional. Sedangkan menurut Rodiana(2013), kualitas destruksinya tinggi, tidak ada unsur-unsur volatil yang hilang. Beberapa penelitian

menunjukkan bahwa nilai persen perolehan kembali (% recovery) analisis logam berat menggunakan metode microwave digestion memiliki nilai akurasi yang lebih baik dibandingkan dengan destruksi asam terbuka.

Prinsip destruksi basah adalah penggunaan  $\text{HNO}_3$  p.a untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah agar kehilangan mineral akibat penguapan dapat dihindari. Tahap selanjutnya proses berlangsung sangat cepat akibat pengaruh  $\text{H}_2\text{SO}_4$  p.a atau  $\text{H}_2\text{O}_2$  p.a. Keuntungan destruksi basah adalah suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur (Muchtadi, 2009).

Menurut Yawar dkk (2009), penambahan  $\text{H}_2\text{O}_2$  berfungsi sebagai agen pengoksidasi yang dapat menyempurnakan reaksi sehingga mampu mendekomposisikan sampel dengan sempurna. Adapun reaksi antara asam peroksida dengan senyawa organik:



#### 2.4. Analisis Kadar Timbal pada Berbagai Makanan

Vera (2011) meneliti tentang cemaran beberapa logam pada lengkung kalengan dengan masa simpan berbeda menggunakan spektroskopi serapan atom dengan proses destruksi *microwave* pada suhu  $180^\circ\text{C}$  selama 25 menit. Hasil yang didapat adalah kadar timbal tertinggi pada sampel sebesar  $0,4696 \text{ mg/kg}$ . Bi, dkk (2009) meneliti kadar timbal dan cadmium pada jagung menggunakan spektroskopi serapan atom dengan proses destruksi *microwave* pada suhu  $180^\circ\text{C}$  selama 30 menit. Larutan yang digunakan adalah campuran 6 ml  $\text{HNO}_3$  p.a dan 2



ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>p.a, dandhasilkan kadar timbal tertinggi pada daun sampel sebesar 0,649 mg/kg.

Penelitian dari Bakkali, dkk (2011) menggunakan campuran zat pengoksidasi campuran 6 ml HNO<sub>3</sub> P.a dan 2 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>p.a pada beberapa sampel menggunakan destruksi *microwaved* dihasilkan kadar timbal tertinggi pada cabai dengan kadar 70,6±4,1 µg/kg. Penelitian dari Ratnasari dkk (2013) menggunakan zat pengoksidasi HNO<sub>3</sub> pekat : HCl (3:1), dihasilkan kadar logam Pb pada sayur wortel sebesar 13,7218 mg/kg, pada sayur seledri sebesar 11,9941 mg/kg, pada timun sebesar 10,9319 mg/kg, pada tomat sebesar 8,7988 mg/kg, pada kentang sebesar 3,2160 mg/kg, dan pada sayur kol sebesar 1,4912 mg/kg. Jimoh dkk (2015) menganalisis logam timbal (Pb) dalam tanah dan tomat yang ditanam dilahan pertanian irigasi dari Kaduna Metropolis Nigeria menggunakan zat pengoksidasi HNO<sub>3</sub> p.a dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> p.a (2:1) dengan hasil kadar Pb sebesar 0,92±0,08 sampai 4,67±1,29 µg/gr.

Penelitian yang telah dilakukan oleh Hidayati, dkk (2011) pada kangkung airdengan variasi jarak tanam 0, 3, 30, dan 300 meter dari jalan raya, diperoleh hasil kandungan logam Pb lebih tinggi berada pada sampel dengan jarak nol meter dengan kandungan logam Pb sebesar 11,5ppm. Penelitian yang dilakukan oleh Triani (2010), diperoleh hasil kandungan logam Pb berkisar 1,64 – 2,82 mg/kg pada kangkung yang ditanam di Jalan Ida Bagus Matra Denpasar. Hasil tersebut melebihi ambang batas maksimum cemaran logam Pb dalam bahan pangan khususnya buah dan sayur sebesar 0,5 mg/kg (SNI 7387:2009). Sedangkan penelitian yang dilakukan oleh Putri, dkk (2015) tentang analisis kadar Pb pada tanaman selada dengan variasi jarak 0 meter, 5 meter, 20 meter, dan 25 meter dari

jalan raya di pasar Kampung Lalang Medan, menghasilkan cemaran logam Pb tertinggi pada jarak 0 meter dari jalan raya sebesar 1,43 mg/kg.

## **2.5. Analisis Timbal Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

### **2.5.1 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

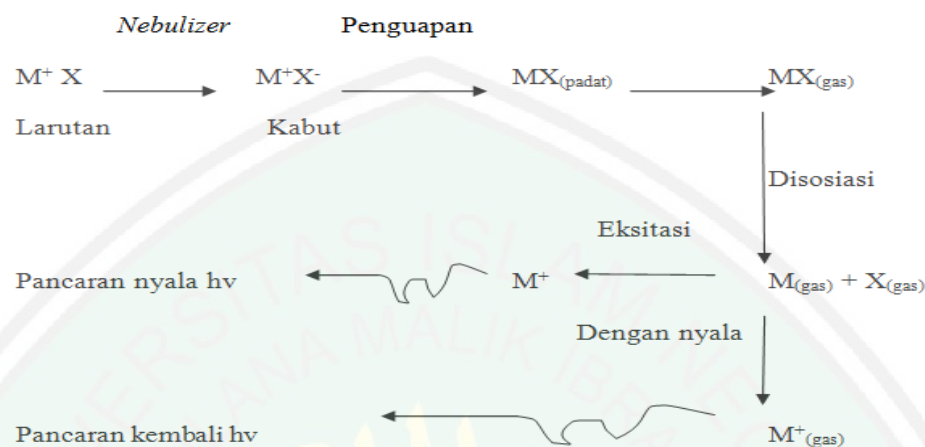
Spektroskopi serapan atom adalah suatu metode yang digunakan untuk mendeteksi atom-atom logam dalam fase gas. Metode ini seringkali mengandalkan nyala untuk mengubah logam dalam larutan sampel menjadi atom-atom logam berbentuk gas yang digunakan untuk analisis kuantitatif dari logam dalam sampel (Rohman, 2007). Digunakan untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog, dkk, 2000).

Spektroskopi serapan atom digunakan untuk analisis kualitatif unsur-unsur logam dalam jumlah sekelumit (*Ultratrace*). Cara analisis ini memberikan kadar total unsur logam dalam suatu sampel dan tidak tergantung pada bentuk molekul dari logam dalam sampel tersebut. Cara ini cocok untuk analisis sekelumit logam karena mempunyai kepekaan yang tinggi (batas deteksi kurang dari 1 ppm), pelaksanaannya relatif sederhana, dan interferensinya sedikit. Spektroskopi serapan atom didasarkan pada penyerapan energi sinar oleh atom-atom netral dalam bentuk gas (Rohman, 2007).

Teknik analisis SSA berdasarkan pada penguraian molekul menjadi atom (atomisasi) dengan energi dari api atau arus listrik. Atom-atom mengalami transisi bila menyerap energi. Sebagian besar atom akan berada pada *ground state*, dan sebagian kecil (tergantung suhu) yang tereksitasi akan memancarkan cahaya

dengan panjang gelombang yang khas untuk atom tersebut ketika kembali ke *ground state*. Detektor akan mendeteksi energi terpancar tersebut (Harmita, 2006).

Skema kerja umum dari metode ini adalah sebagai berikut:



**Gambar 2.6** Skema umum atomisasi yang terjadi pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) (Basset, dkk., 1994)

Jika suatu larutan yang mengandung suatu garam logam (atau sesuatu senyawa logam) dihembuskan kedalam suatu nyala (misalnya asetilen yang terbakar di udara), dapatlah terbentuk uap yang mengandung atom-atom logam itu. Beberapa atom logam dalam gas ini dapat dieksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi yang cukup tinggi untuk memungkinkan pemancaran radiasi yang karakteristik dari logam tersebut. Tetapi jumlah jauh lebih besar dari atom logam bentuk gas itu normalnya tetap berada dalam keadaan tak tereksitasi atau dalam keadaan dasar (Mulja dan Miller, 1991).

Atom-atomkeadaan dasar ini mampu menyerap energi cahaya yang panjang gelombang resonansinya khas untuknya, yang pada umumnya adalah panjang gelombang radiasi yang akan dipancarkan atom-atom itu bila tereksitasi dari keadaan dasar. Jadi jika cahaya dengan panjang gelombang resonansi itu dilewatkan nyala yang mengandung atom-atom yang bersangkutan, maka sebagian cahaya itu akan diserap, dan jauhnya penyerapan akan berbanding lurus

dengan banyaknya atom keadaan dasar yang berada dalam keadaan nyala. Inilah dasar yang mendasari spektroskopi serapan atom (SSA). Metode AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsumnya (Muljia dan Miller, 1991).

Menurut Chasteen(2000), secara umum proses atomisasi pada spektroskopi serapan Atom(SSA) terjadi melalui beberapa tahapan yaitu dalam *Nebulizer* mencampur asetilena (bahan bakar) dan oksidan (udara dan dinitrogen oksida), dan menciptakan tekanan. Tekanan tersebut mengakibatkan sampel terserap/tersedot masuk ke dalam *nebulizer*. *Glass bread* dan *mixing paddle* di dalam *chamber* menciptakan campuran yang heterogen dari (bahan bakar + oksidan) dan aerosol sampel. Campuran akan mengalir langsung ke kepala burner.

Sampel cair tidak mengalir menuju nyala, melainkan terkumpul di bagian bawah dari *nebulizer* dan mengalir secara gravitasi menuju tempat pembuangan. Nyala akan memecah matriks analit dan membuatnya dalam bentuk atom. Kemudian monokromator akan mengisolasi sinar dari analit dan memisahkannya dari sinar lain yang ditimbulkan oleh nyala. Detektor akan menentukan intensitas sinar yang keluar dari monokromator dan mengubahnya dalam bentuk energi listrik.

Khopkar (1990) menjelaskan bahwa hukum absorpsi sinar (Lambert-Beer) yang berlaku pada spektrofotometer absorpsi sinar ultra violet, sinar tampak maupun sinar merah, dan juga berlaku pada pada spektroskopi 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.

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

$b$  = panjang medium atau tebal nyala (nm)

$I_t$  = intensitas sinar yang diteruskan

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

$\epsilon$  = absorptivitas molar (mol/liter)

$A$  = 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).

### 2.5.2 Bagian-bagian Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom

Adapun bagian dari instrumentasi spektroskopi serapan atom adalah sebagai berikut :

#### a. Sumber Radiasi

Sumber radiasi yang digunakan adalah lampu katoda berongga (hollow cathode lamp). 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. Menurut Rohman (2007), salah satu alat yang digunakan untuk mengubah sampel menjadi uap atom-atomnya yaitu dengan nyala (Flame) yang digunakan untuk mengubah sampel yang berupa cairan menjadi bentuk uap atomnya dan untuk proses atomisasi. Suhu yang dapat dicapai oleh nyala tergantung pada gas yang digunakan, misalnya untuk gas asetilen-udara suhunya sebesar 220°C. Pada sumber nyala ini asetilen sebagai bahan pembakar, sedangkan udara sebagai bahan pengoksidasi. Pemilihan macam bahan bakar dan gas pengoksidasi serta komposisi perbandingannya sangat mempengaruhi suhu nyala.

Berikut adalah nyala yang diperlukan untuk penetapan unsur Pb, kisaran kerjanya, dan batas deteksinya (Rohman, 2007) :

**Tabel 2.4** Nyala Penetapan Unsur Pb

Logam	Panjang Gelombang (nm)	Tipe Nyala	Kisaran kerja ( $\mu\text{g/mL}$ )	Batas Deteksi ( $\mu\text{g/mL}$ )
Pb	217	UA	5-20	0,015

#### 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. Dalam monokromator terdapat *chopper* (pemecah sinar), suatu alat yang berputar dengan frekuensi atau kecepatan perputaran tertentu (Rohman, 2007).

#### d. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Biasanya digunakan tabung foton (*photomultiplier tube*). Ada dua cara yang dapat digunakan dalam system deteksi yaitu : (a) yang memberikan

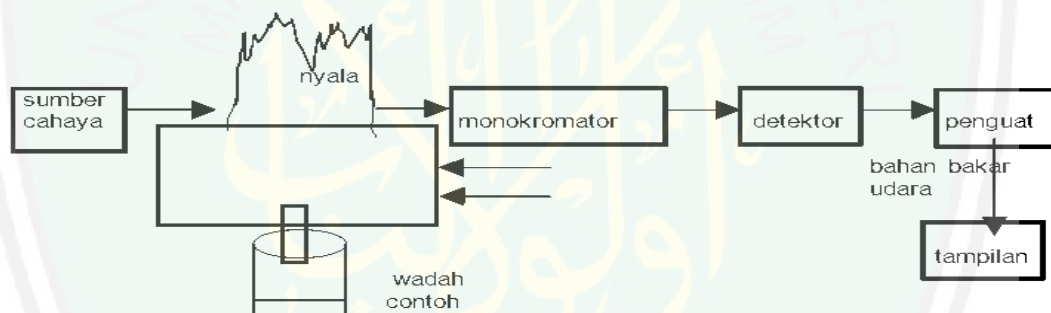
respon terhadap radiasi resonansi dan radiasi kontinyu; dan (b) yang hanya memberikan respon terhadap radiasi resonansi (Rohman, 2007).

#### e. Amplifier

Amplifier merupakan suatu alat untuk memperkuat signal yang diterima dari detektor sehingga dapat dibaca alat pencatat hasil (readout) (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).



**Gambar 2.7** Rangkaian komponen instrumentasi SSA (Sumber: Anshori, 2005)

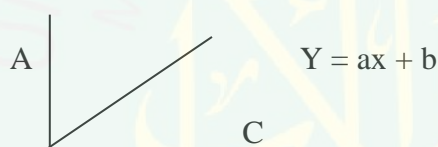
### 2.6. Metode Kurva Standar

Teknik analisis kuantitatif dengan SSA, sampel harus dalam bentuk larutan. Untuk menyiapkan larutan, sampel harus diperlakukan sedemikian rupa dengan perlakuan tergantung dari macam dan jenis sampel. Syarat pembuatan larutan sampel, yaitu: (1) langsung dilarutkan dengan pelarut yang sesuai; (2) sampel dilarutkan dalam suatu asam; (3) sampel dilarutkan dalam suatu basa atau dilebur dahulu dengan basa kemudian hasil leburan dilarutkan dalam pelarut yang sesuai. Metode pelarut apapun yang akan dipilih untuk dilakukan analisis SSA,

larutan yang dihasilkan yakni harus jernih, stabil, dan tidak mengganggu zat-zat yang menimbulkan gangguan (Rohman, 2007).

Metode kurva standar diawali dengan pembuatan 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. Konsentras larutan sampel diukur dan diinterpolasi kedalam kurva standar atau dimasukkan dengan persamaan regresi linier pada kurva standar (Syahputra, 2004).

Grafik Kurva Standar



Keterangan :

A = Absorbansi

C = Konsentrasi

Metode kurva standar dapat dilakukan dengan pembacaan ulang (*recall*) untuk sampel selanjutnya terhadap kurva terdahulu, sehingga waktu yang digunakan lebih efektif dan efisien. Metode kurva standar bisa digunakan untuk menggantikan metode adisi standar untuk menganalisis timbal (Pb) dalam sampel walaupun secara performa analitik metode adisi standar lebih sensitive daripada kurva standar, namun metode adisi standar membutuhkan waktu pengerjaan yang lama. Keadaan ini disebabkan ketika akan menganalisis sebuah sampel maka harus membuat kurva terlebih dahulu. Kelebihan dari kurva standar ketika banyak sampel yang akan dianalisis dengan waktu pengerjaannya membutuhkan waktu

relatif singkat, sehingga kurva standar ini bisa digunakan sebagai alternatif metode dengan syarat zat pengoksidasi harus cocok dan sesuai dengan kondisi sampel yang akan dianalisis (Nuraini, 2011).

## 2.7. Uji One Way Anova

Analisis varians (*analysis of variance*) atau ANNOVA adalah metode analisis statistika yang termasuk kedalam cabang statistika inferensi. Uji dalam anova menggunakan uji F karena dipakai untuk pengujian lebih dari 2 sampel. Anova (*analysis of variance*) digunakan untuk melakukan analisis komparasi multivariable. 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 variance* atau Anova (Kartikasari, 2016).

Anova satu arah (*one way anova*) digunakan apabila yang akan dianalisis terdiri dari satu variabel terikat dan satu variabel bebas. Analisis menggunakan uji Anova dapat diperoleh kesimpulan (Kartikasari, 2016):

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.

Nilai % recovery yang lebih besar dari 100% atau hasil pengukuran lebih besar dari konsentrasi sebenarnya dapat disebabkan oleh beberapa faktor. Faktor pertama adalah ketidakpastian. Penyebab ketidakpastian dalam penelitian kurva standar ini adalah adanya ketidakpastian dalam kalibrasi baik dalam penggunaan

alat maupun dalam pembacaan skala. Selain itu faktor temperatur juga ikut berperan dalam kesalahan kalibrasi sehingga menyebabkan adanya ketidakpastian baku (Kartikasari, 2016).

Faktor-faktor yang mempengaruhi ketidakpastian dan ketidak telitian dalam pengukuran menurut Kartikasari(2016)adalahPenimbangan yang tidak benar, demikian juga pemindahan analit dan bakunya tidak sesuai.Ekstraksi analit dari suatu matriks yang tidak efisien.Penggunaan buret, pipet, dan labu takar yang tidak benar.Pengukuran menggunakan alat yang tidak terkalibrasi.Kegagalan dalam melakukan analisis blanko.Pemilihan kondisi pengukuran yang menyebabkan kerusakan analit.Kegagalan untuk menghilangkan gangguan oleh bahan tambahan dalam pengukuran analit.

## **2.8. Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam**

Syariat Islam merupakan sistem kehidupan yang komprehensif dan merangkum setiap aspek kehidupan manusia. Keistimewaan ini dapat ditelusuri dalam panduan utama kitab suci, yaitu Al-Qur'an dan As-Sunnah. Pada dasarnya, Al-Qur'an adalah panduan umum yang telah disesuaikan dengan perubahan realitas masa dan tempat agar dapat dilaksanakan sepanjang masa dan berbagai kondisi. Sedangkan As-Sunnah berperan sebagai pengurai terhadap panduan umum tersebut, agar dapat diimplementasikan dengan jelas dalam segala sendi kehidupan manusia (Anuar, 2012).

Makanan merupakan salah satu kebutuhan pokok manusia yang berfungsi menjaga keseimbangan proses metabolisme dalam tubuh. Dewasa ini, pemenuhan hasrat makanan cepat saji dan tahan lama dapat dihasilkan dengan mudah menggunakan bahan dasar dan bahan tambahan tanpa memperhatikan kualitas dan



dampak kesehatan bagi konsumennya. Kualitas makanan yang dikonsumsi dapat berpengaruh terhadap kualitas hidup dan perilaku makhluk hidup itu sendiri. Oleh karena itu, setiap makhluk hidup harus berusaha untuk mendapatkan makanan yang halal dan baik, seperti dinyatakan dalam Firman Allah SWT dalam Surat Al-Baqarah ayat 168 (Kartikasari, 2016) :

يَا أَيُّهَا النَّاسُ كُلُوا مِمَّا فِي الْأَرْضِ حَلَالًا طَيِّبًا وَلَا تَتَّبِعُوا خُطُوَاتِ الشَّيْطَانِ إِنَّهُ لَكُمْ عَدُوٌّ مُّبِينٌ

“Hai sekalian manusia, makanlah yang halal lagi baik dari apa yang terdapat di bumi, dan janganlah kamu mengikuti langkah-langkah syaitan; Karena Sesungguhnya syaitan itu adalah musuh yang nyata bagimu”.

Makanan yang halal dan baik pasti boleh dikonsumsi oleh manusia, maksudnya adalah baik bagi tubuh dan tidak mengganggu kesehatan. Pada dasarnya sumber makanan yang berasal dari tumbuhan itu halal, selama tidak membahayakan bagi manusia. Kecuali tumbuhan yang beracun dan memabukkan, seperti ganja, kecubung, dan sejenisnya. Makanan atau minuman olahan dari tumbuhan, jika membahayakan dan memabukkan bagi tubuh manusia, maka tidak boleh dikonsumsi (Qardhawi, 2000).

Sayuran selada merupakan salah satu sayuran yang banyak dijual bebas dipasaran, baik di pasar modern atau di pasar tradisional. Namun seiring banyaknya kontaminan yang banyak dapat membahayakan makanan yang kita konsumsi akan berakibat buruk pada tubuh jika dimakan. Salah satunya adalah kontaminan logam timbal (Pb) yang dapat berasal dari proses pertumbuhan maupun dari proses pemasaran, bahkan proses penjualannya, sehingga makanan yang asalnya menyehatkan menjadi tidak sehat dikarenakan terdapat kandungan

berbahaya tersebut. Pangan yang baik berkaitan dengan jaminan bahwa pangan yang dijual bergizi, warnanya menarik, teksturnya baik, bersih, bebas dari hal-hal yang dapat membahayakan tubuh seperti kandungan mikroorganisme patogen, komponen fisik, biologis, dan zat kimia berbahaya (Anwar, 2007). Batas kontaminan timbal (Pb) sendiri dalam makanan, khususnya sayuran telah diatur dalam Standar Nasional Indonesia (SNI) yaitu kadar minimal sebesar 0,5 mg/kg, sehingga apabila kadarnya di atas 0,5 mg/kg dapat dikatakan berbahaya dan tidak layak konsumsi.

Menurut Yaakob dalam Salma (2010), makanan yang melalui proses halal sekiranya ia memenuhi ciri-ciri yaitu bahan-bahan mentah yang digunakan adalah halal, komponen ramuan dan aditif (bahan tambahan) adalah halal, dan proses penghasilannya berdasarkan garis panduan Islam. Dewasa ini, pengaruh aspek perkembangan teknologi makanan menyebabkan banyak keraguan timbul mengenai bahan dan proses yang digunakan dalam olahan industri.

Sedangkan menurut Shihab (1997) makanan yang baik (*thayyib*) setidaknya memenuhi kriteria berikut ini :

1. Makanan yang sehat

Makanan yang sehat adalah makanan yang memiliki kandungan zat gizi yang cukup dan seimbang. Makanan yang sehat sangat diperlukan bagi perkembangan dan pertumbuhan tubuh manusia.

2. Proporsional

Proporsional adalah makanan yang sesuai dengan kebutuhan, dalam arti tidak berlebih-lebihan. Di Indonesia kebutuhan suatu zat dalam tubuh telah diatur oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) dan Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM).

3. Aman

Aman adalah makanan yang suci dari kotoran dan terhindar dari segala yang haram, seperti najis.



## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu Dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret-April 2017 di Laboratorium Riset Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang Jalan Gajayana 50 Malang .

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah plastik *wrap*, timbangan analitik, pipet tetes, botol aquades, pipet ukur 1 mL dan 5 mL, bola hisap, beaker glass 100 mL, corong gelas, cawan porselen, mortar, alu, pengaduk, gelas arloji, sendok takar, botol *vial*, gelas ukur 100 mL, seperangkat instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) AA 240 Varian Australia, seperangkat alat *Microwave digestion*, lemari asam, Pendingin (lemari es).

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah selada daun, larutan stok Pb 1000 ppm merk E-Merck, asam nitrat pekat ( $\text{HNO}_3$  p.a) 65%, asam peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$  p.a), aquabides, aquades.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian yang dilaksanakan adalah *experimental laboratory*, yakni analisis timbal (Pb) dalam selada dengan metode destruksi *microwave* dan variasi

zat pengoksidasi secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Sampel diambil di desa wisata petik sayur Sumberejo Kota Batu dalam keadaan segar, dengan jarak pengambilan sampel 1 meter, 10 meter, 50 meter, dan 100 meter dari jalan raya.

Preparasi sampel dilakukan dengan mengambil dan menimbang masing-masing sampel A,B,C, dan D, kemudian dicampur keempat sampel tersebut. Selanjutnya untuk menentukan zat pendestruksi terbaik, digunakan *microwave digestion system* dengan cara menimbang 2 gram sampel menggunakan timbangan analitik yang kemudian dimasukkan kedalam *vessel*. Kemudian didalam *vessel* ditambahkan 8 mL zat pendestruksi berupa HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan aquabides sesuai dengan tabel 3.1. Lalu *vessel* dimasukkan kedalam pelindung HTC, lalu ditutup dengan penutupnya, dikencangkan dan dimasukkan kedalam *microwave digestion system*, lalu disambungkan dengan sensor suhu.

*Microwave* dinyalakan dengan suhu 130<sup>0</sup>C selama 10 menit pertama dengan kekuatan 700 watt, kemudian suhu ditambah menjadi 150<sup>0</sup>C sampai menit ke 15, lalu ditambah suhu menjadi 180<sup>0</sup>C hingga menit ke 25. Setelah proses destruksi selesai, *vessel* dikeluarkan dan didinginkan sampai suhu kamar, kemudian *vessel* dibuka. Larutan hasil destruksi lalu ditampung di dalam vial dan ditentukan konsentrasi Pb dengan menggunakan SSA. Langkah terakhir adalah analisis kadar logam Pb dalam sampel selada yang diambil berdasarkan variasi jarak tanam dengan jalan raya menggunakan larutan zat pendestruksi terbaik yang diperoleh pada tahapan sebelumnya, kemudian di analisis menggunakan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm.

### 3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini sebagaimana berikut:



1. Pemilihandan preparasi sampel.
2. Pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
3. Pembuatan kurva standar timbal (Pb).
4. Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan *Microwave* digestion Variasi pelarut Secara Spektroskopi Serapan Atom.
5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Selada dengan Variasi Jarak Tanam dari Jalan Raya.
6. Analisis data.

### **3.5 Metode Penelitian**

#### **3.5.1 Pemilihandan Preparasi Sampel**

Penelitian ini menggunakan sampel selada daun (*Lactuca sativa L.*) yang diambil di desa wisata petik sayur Sumberejo Kota Batu dengan variasi jarak tanam dari jalan raya 1 meter, 10 meter, 50 meter dan 100 meter. Sampel yang diambil adalah sampel segar yang telah siap panen, dan diambil tiga buah sampel sebagai perwakilan tiap jarak uji. Sampel kemudian disimpan tanpa dicuci dengan bungkus plastik *wrap* di dalam lemari pendingin.

Preparasi sampel dilakukan dengan menghaluskan bagian daun selada sampai halus dengan mortar dan tercampur sempurna. Setelah itu ditimbang dan dicatat berat masing-masing sampel, maka sampel selada yang homogen siap dianalisis.

#### **3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**

Sederetan larutan standar timbal (Pb) dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang pada 217 nm, laju alir asetilen pada 5  $\mu$ A, laju alir udara pada 10,0 L/menit, lebar celah (*Slit width*) pada 1,0 nm,

kuat arus HCl 10,0  $\mu$ A, tinggi burner 2,0 mm (*Manual book of Analytical Methods: Varian*).

### 3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Larutan stok timbal (Pb) 1000 mg/L dibuat dari larutan timbal (Pb) 10 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 mL larutan stock 1000 mg/L kedalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L; 0,2mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Sederet larutan standar timbal (Pb) tersebut selanjutnya dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) AA 240 varian Australia pada kondisi optimum sehingga diperoleh data absorbansi (Gandjar dan Rohman, 2007).

### 3.5.4 Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan *Microwave Digestion* Variasi Pelarut Secara Spektroskopi Serapan Atom

Langkah kerja yang dilakukanyaitu, sampel campuran selada hasil preparasi ditimbang 2 gram didalam *vessel* yang berbeda menggunakan timbangan analitik. Kedalam sampel di masing-masing *vessel*, ditambahkan 8 mL HNO<sub>3</sub> pekat, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan aqua bidess sesuai dengan tabel 3.1. Kemudian dimasukkan *vessel* kedalam pelindung HTC, lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan. *Vessel* dimasukkan kedalam *microwave digestion system*, lalu disambungkan dengan sensor suhu. *Microwave* dinyalakan dengan suhu 180<sup>0</sup>C selama 25 menit dengan kekuatan 700 watt. Setelah proses destruksi selesai, *vessel* dikeluarkan dan didinginkan sampai suhu kamar, lalu dibuka. Larutan hasil destruksi ditampung di dalam botol *vial* dan ditentukan konsentrasi Pb dengan menggunakan SSA.

Perlakuan ini dilakukan 3 kali ulangan. Adapun zat pengoksidasi yang digunakan sebagai berikut:

**Tabel 3.1** Volume perbandingan Zat Pengoksidasi

Sampel	Larutan (mL)			Perbandingan	Referensi
	HNO <sub>3</sub> p.a	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> p.a	aquabides		
Selada daun	7	-	1	7 : - : 1	Vera,2011
	6	1	1	6: 1 : 1	Sineo
	5	2	1	5 : 2 : 1	Jalbani,2014
	4	3	1	4 : 3 : 1	

Pada Tabel 3.1, kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji varian *One Way Anova* untuk mengetahui apakah penggunaan variasi jenis larutan asam pengoksidasi dengan perbandingan komposisi campuran yang berbeda dalam metode ini mempunyai pengaruh pembacaan konsentrasi Pb dengan instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

### 3.5.5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Selada dengan Variasi Jarak Tanam dari Jalan Raya

Penelitian dengan metode ini diambil sebanyak 2 gram sampel selada yang didestruksi dengan zat pengoksidasi terbaik yang telah diperoleh pada tahap penelitian sebelumnya. Dilakukan uji kadar timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali dari sampel selada.

**Tabel 3.2** Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)

Jarak Penanaman		Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
		Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
1 meter	A			
10 meter	B			
50 meter	C			
100 meter	D			

### 3.6 Analisis Data

Penelitian ini akan menghasilkan data yang kemudian diperoleh adalah kadar logam timbal dalam sampel selada. Data ini kemudian diuji dengan metode statistik uji *one way anova* dengan tingkat signifikan 5% untuk mengetahui perlakuan yang berpengaruh atau berbeda nyata diantara perlakuan yang lain.

Data pembuatan kurva standar memiliki hubungan antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A), maka nilai yang dapat diketahui adalah nilai *slope* dan *intersep*, kemudian nilai konsentrasi sampel dapat diketahui dengan memasukkan ke dalam persamaan regresi linier dengan menggunakan hukum Lambert Beer, yaitu:

$$A = -\log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon bc \dots\dots\dots(3.1)$$

Dimana:

$I_0$  = intensitas sumber sinar                       $b$  = panjang medium atau tebal nyala (nm)  
 $I_t$  = intensitas sinar yang diteruskan         $c$  = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar (ppm)  
 $\epsilon$  = absorptivitas molar (mol/liter)             $A$  = absorbansi

Sedangkan penentuan linearitas dapat dilihat dari nilai  $r^2$  kurva standar. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi  $r^2$  pada analisis regresi linier, yaitu (Tahir, 2005) :

$$y = bx + a \dots\dots\dots(3.2)$$

Dimana:

$y$  = Absorbansi Sampel                                       $b$  = *Slope*  
 $x$  = Konsentrasi Sampel                                     $a$  = *Intersep*

Sensivitas dapat dinyatakan sebagai *slope* kurva. Pada penelitian ini sensitivitas dinyatakan sebagai *slope* kurva standar yang diperoleh dengan rentang tertentu. Sensitivitas suatu data menunjukkan tiap satu satuan perubahan konsentrasi akan menghasilkan perubahan absorbansi sebesar nilai *slope* tersebut (Skong, 1985; Resti, 2016).

Sedangkan akurasi diperoleh dengan menghitung persen *recovery*. Persamaan untuk persen *recovery* adalah (Skong, 1985; Resti, 2016) :

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Hasil Analisis}}{\text{Nilai Sebenarnya}} \times 100\% \dots\dots\dots(3.3)$$

Berdasarkan perhitungan regresi linier, maka dapat diketahui kadar logam yang sebenarnya dengan rumus umum (Skong, 1985):

$$\text{Kadar Timbal (Pb) (mg/Kg)} = \frac{b \times V}{W} \dots\dots\dots(3.4)$$

Dimana:

b = Kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

V = Volume larutan (L)

W = Berat contoh (Kg)



## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini berjudul analisis kadar timbal (Pb) dalam selada (*Lactuca sativa L.*) menggunakan metode destruksi *microwave* secara spektroskopi serapan atom (SSA). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui zat pengoksidasi terbaik pada analisis logam timbal (Pb) dalam sampel sayur selada menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA), dan untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) dalam sampel sayur selada ketika berada pada lahan pertanian pada jarak tertentu dari jalan raya. Sedangkan tahapan yang dilakukan pada penelitian ini meliputi pemilihan dan preparasi sampel, pengaturan alat SSA, pembuatan larutan kurva standar timbal (Pb), penentuan oksidator terbaik menggunakan *microwave digestion* variasi pelarut secara spektroskopi serapan atom, penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel selada dengan variasi jarak tanam dari jalan raya, dan analisis data hasil.

#### **4.1. Pemilihan dan Preparasi Sampel**

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah sayur selada (*Lactuca sativa L.*), dengan varietas selada daun yang diambil di lahan pertanian dusun Santrean Desa Sumberejo Kota Batu. Daerah ini merupakan salah satu sentra pengembangan komoditas hortikultura khususnya tanaman hias dan sayur-mayur di kota Batu. Sampel diambil masing-masing 3 buah pada jarak 1 meter, 10 meter, 50 meter, dan 100 meter yang diharapkan dapat mewakili seluruh populasi yang akan diteliti. Sampel yang diambil adalah selada yang telah siap panen dengan ukuran yang paling besar pada tiap titik, yang diasumsikan telah menyerap logam

paling banyak karena ukuran dan pertumbuhan sampel yang melebihi sampel lainnya. Pengambilan sampel dilakukan dengan cara dicabut bersama akarnya tanpa dicuci dan langsung dibungkus dengan plastik *wrap* untuk menghindari kontaminasi dari lingkungan. Sampel yang telah dibungkus kemudian disimpan dalam lemari pendingin untuk menghindari pembusukan hingga sampel siap untuk dipreparasi.

Preparasi yang dilakukan pada sampel meliputi penghalusan bagian daun dan batang sampel dari masing-masing titik yang berbentuk padatan dengan mortar hingga halus dan tercampur untuk mempercepat reaksi ketika nanti didestruksi. Sampel yang telah halus ditimbangan sebanyak 2 gram dan siap untuk dianalisis.

#### **4.2. Penyiapan Alat Spektroskopi Serapan Atom**

Spektroskopi serapan atom merupakan instrumentasi yang paling sering digunakan untuk menentukan kadar suatu logam dalam sampel. Dengan prinsip absorpsi cahaya oleh atom yang berkaitan, menjadikan instrumen ini menjadi salah satu pilihan utama hingga saat ini selain karena pengerjaannya yang cepat, juga hasil yang sensitif dan akurat. Penentuan logam timbal ini dilakukan dengan panjang gelombang 217 nm karena pada panjang gelombang inilah kadar timbal dapat terserap secara maksimal sehingga hasil yang didapat juga akan lebih maksimum ketika cahaya yang ditembakkan dari sumber sinar mengenai atom-atom pada sampel dan memberikan cukup energi sehingga dapat merubah keadaan elektron dari *ground state* menjadi tereksitasi serta memberikan spektrum yang tajam dan intensitas yang maksimum.

Larutan sampel hasil destruksi mengandung logam dalam bentuk garam. Larutan ini kemudian diubah menjadi aerosol dan berdisosiasi menjadi bentuk atom-atomnya ( $M^0$ ). Beberapa atom akan tereksitasi secara termal oleh nyala, tetapi kebanyakan atom tetap tinggal sebagai atom netral pada tingkat energi terendah (*ground state*). Atom-atom yang berada pada tingkat energi terendah ini kemudian menyerap cahaya yang dipancarkan oleh sumber cahaya (Taufikurrahman, 2016).

Optimasi alat dilakukan untuk mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan hasil kerja terbaik. Optimasi instrumen AAS dilakukan dengan memvariasikan nilai parameter dari alat tersebut. Kondisi optimum ini diperoleh dengan mengukur serapan maksimum suatu unsur yang dianalisis pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir asetilen, dan tinggi pembakar.

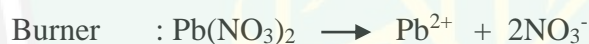
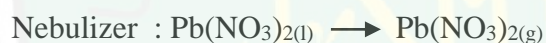
**Tabel 4.1** Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal (Pb)

Parameter	Satuan	Timbal (Pb)
Panjang gelombang	Nm	217
Laju alir asetilen	L/menit	2,0
Laju alir udara	L/menit	10,0
Kuat arus HCL	$\mu$ A	10,0
Lebar celah	Nm	1,0
Tinggi burner	Nm	2,0

Tinggi burner yang digunakan untuk analisis ini diatur pada alat sebesar 2 nm untuk mendapatkan hasil populasi atom terbanyak karena tepat pada lintasan energinya. Sedangkan optimasi lajur alir gas asetilen dan udara yang diatur sedemikian seperti pada tabel agar suhu pengatoman berlangsung baik, karena jika gas pembakar yang digunakan kurang, maka energi untuk pengatoman juga akan

kurang sempurna sehingga tidak semua atom akan terbakar. Namun sebaliknya, jika gas pembakar yang digunakan berlebih, maka akan merubah atom dan tereksitasi menjadi spesi bukan atom ( $M^+$  atau  $M^*$ ).

Senyawa organik yang terdapat dalam sampel dan berikatan dengan timbal yaitu  $Pb(CH_2O)_x$  ketika didestruksi dengan  $HNO_3$ , akan berubah menjadi  $Pb(NO_3)_2$  sehingga akan mempunyai nilai oksidasi sebesar +2. Ketika berada pada *Nebulizer*, sampel akan dikabutkan dan menyebar yang berarti ketika berada pada burner,  $(NO_3)_2$  akan menguap kembali dan Pb akan menjadi atom, sehingga dalam proses ini bisa juga disebut dengan atomisasi. Adapun reaksi atomisasi  $Pb^{2+}$  menjadi Pb tak bermuatan adalah :



#### 4.3. Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)

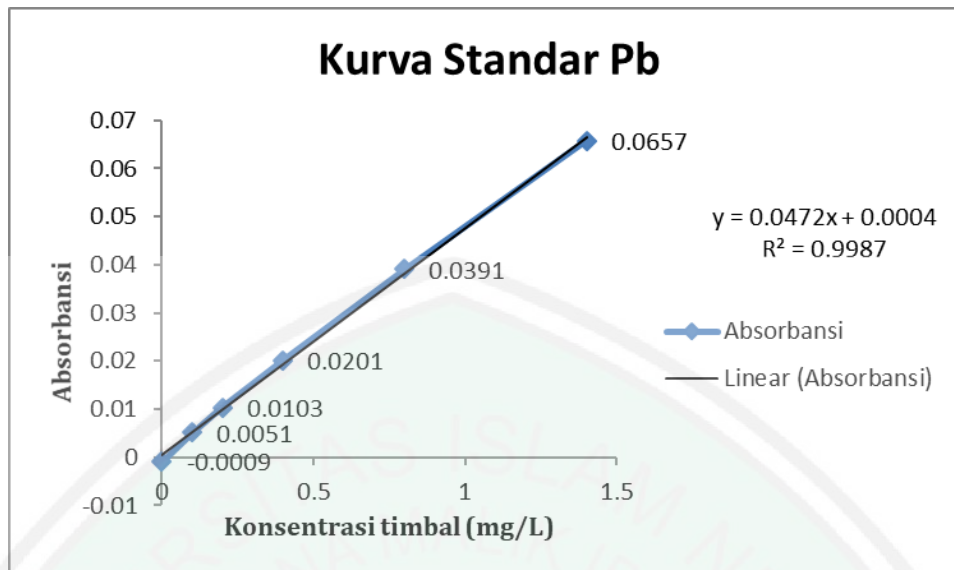
Larutan standar timbal dibuat sebagai parameter kadar timbal yang terdapat dalam sampel dengan cara dibuat kurva dengan konsentrasi tertentu, dan diharapkan berbentuk linier agar hasil analisis lebih akurat. Pembuatan kurva ini digunakan untuk mengetahui hubungan antara konsentrasi larutan dengan nilai absorbansinya, sehingga konsentrasi sampel dapat diketahui. Kurva standar dikatakan baik jika ditinjau dari faktor korelasi antara sumbu x (konsentrasi) dengan sumbu y (absorbansi) yang saling berbanding lurus. Jika konsentrasi yang didapatkan tinggi, maka absorbansinya juga akan tinggi, begitu sebaliknya. Kurva kalibrasi larutan standar diperoleh dari hasil pengukuran serapan larutan standar pada kondisi optimum analisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Menurut Arifin (2006), kurva standar yang dibuat mengacu pada hukum *Lambert-Beer* dengan persamaan regresi linier  $y = ax + b$  sehingga dapat ditarik garis lurus. Keabsahan kurva kalibrasi yang dihasilkan dapat diuji dengan menentukan harga koefisien korelasi ( $r^2$ ) yang menyatakan ukuran kesempurnaan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansinya yang dinyatakan dalam suatu garis lurus.

Pembuatan kurva kalibrasi diawali dengan pembuatan larutan standar timbal yang diambil dari 1 mL larutan induk timbal (Pb) 1000 mg/L kedalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan sangat teliti hingga tanda batas dan diperoleh larutan standar timbal (Pb) 10 mg/L. Kemudian dibuat sederet larutan standar timbal (Pb) dengan konsentrasi 0,1 mg/L; 0,2mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL. Kemudian diencerkan sampai tanda batas. Pembuatan larutan ini dimaksudkan sebagai *range* pembacaan kadar Timbal yang akan dianalisis pada SSA, karena diasumsikan kadar yang terbaca pada SSA berada diantara 0,1 - 1,4 mg/kg.

Larutan yang telah dibuat lalu diukur absorbansinya menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) AA 240 varian Australia pada panjang gelombang 217 nm. Data yang didapat lalu dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi (x) terhadap absorbansi (y), kemudian dapat ditentukan persamaan garis regresi liniernya yang dapat disajikan pada grafik dibawah ini :





**Gambar 4.1** Grafik Kurva Standar Timbal (Pb)

Berdasarkan gambar 4.1 dapat diketahui bahwa grafik yang didapat adalah linier dengan persamaan  $y = 0.0472x + 0.0004$ , dimana  $y$  adalah absorbansinya,  $b$  adalah *slope*,  $x$  adalah konsentrasi, dan  $a$  adalah *intersep*. Pada uji linieritas, hasil yang didapat telah memenuhi syarat karena telah ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ), dengan nilai  $R^2$  sebesar 0,9987 yang menunjukkan bahwa ukuran kesempurnaan hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi telah mendekati nilai 1. Hasil yang didapat telah memenuhi hukum *Lambert-Beer* dengan nilai  $R^2 > 0.98$ , dan kondisi alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik serta nilai koefisiensi korelasi antar keduanya layak digunakan untuk analisis.

Sedangkan sensitivitas yang didapat ditunjukkan dengan nilai dari *slope* (kemiringan) pada nilai yaitu sebesar 0,0472 yang menunjukkan bahwa setiap konsentrasi yang berubah, akan memberikan perubahan sebesar 0,0472 terhadap nilai absorbansi. Hal ini dapat diartikan bahwa konsentrasi timbal yang terbaca

masih dalam cakupan rentang larutan standar yang dibuat, yaitu antara 0,1 sampai dengan 1,4 ppm, karena apabila berada diluar jarak 0,1 – 1,4 ppm maka tidak akan terbaca oleh instrumen SSA karena hal ini berkaitan dengan *limit of Detection* (LOD), atau batas deteksi saat analisis dengan jumlah analit trkecil dalam sampel yang dapat terdeteksi dan masih memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blangko. Namun, apabila konsentrasi terukur yang didapatkan berada dibawah limit deteksi, maka sinyal tersebut dapat diasumsikan berasal dari pengganggu (*noise*).

#### **4.4. Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan *Microwave Digestion* Variasi Pelarut Secara Spektroskopi Serapan Atom**

Penentuan oksidator terbaik ini merupakan salah satu langkah terpenting dalam analisis kadar logam dan bertujuan untuk menentukan metode yang paling efektif dalam analisis logam timbal pada sampel selada, yang dapat dilihat dari kadar terukur yang mempunyai nilai konsentrasi tertinggi dari empat variasi yang digunakan. Destruksi sendiri bertujuan untuk menghilangkan, merombak, dan memutuskan ikatan-ikatan senyawa organik yang terdapat dalam sampel sehingga membentuk senyawa garam. Sampel yang telah dipreparasi sebelumnya diambil sebanyak 2 gram dan dimasukkan kedalam *vessel*, kemudian ditimbang menggunakan neraca analitik agar didapat berat yang sesuai dan akurat. Setelah itu ditambahkan 8 mL variasi larutan pengoksidasi HNO<sub>3</sub> pekat, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pekat, dan aquabidest.

Adapun penggunaan variasi zat pengoksidasi ini adalah untuk mengetahui perbandingan mana yang paling cocok untuk digunakan pada proses destruksi agar kadar logam yang didapatkan maksimal. Digunakannya asam nitrat pekat

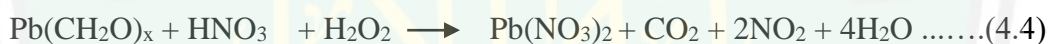
adalah karena asam ini merupakan zat pengoksidasi utama yang dapat mendekomposisi zat organik dan mengoksidasi logam dalam keadaan panas, sehingga dapat larut dalam asam nitrat. Setelah itu, pada proses destruksi logam diubah menjadi bentuk garamnya, yaitu  $M-(NO)_x$  yang mudah larut dalam air. Berikut adalah reaksi yang terjadi antara sampel dengan  $HNO_3$  (Wulandari dan Sukei, 2013) :



Pada reaksi 4.3 diketahui bahwa gas  $NO_2$  yang merupakan hasil samping proses destruksi menggunakan  $HNO_3$  yang diindikasikan pada gelembung-gelembung gas berwarna kuning kecoklatan. Proses ini diketahui bahwa penggunaan  $HNO_3$  sebagai agen pengoksidasi dapat menimbulkan gas berwarna kecoklatan selama pemanasan berlangsung (Wulandari dan Sukei, 2013).

Penambahan asam peroksida pekat bertujuan sebagai katalis yang digunakan untuk mempercepat reaksi pemutusan ikatan logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang terdapat dalam sampel, juga untuk mempertahankan kestabilan logam timbal (Pb). Jenis katalis ini merupakan katalis yang dapat mempengaruhi lingkungan sehingga tidak ikut bereaksi. Sedangkan penambahan aquabides dilakukan agar volume larutan yang ditambahkan dapat mencapai batas minimal dalam destruksi *microwave*, yaitu sebesar 8 mL. Penggunaan campuran asam oksidator kuat ini diharapkan akan meningkatkan kekuatan asam, khususnya untuk melarutkan logam-logam yang terdapat dalam sampel organik sehingga proses destruksi akan lebih maksimal dan lebih menguntungkan daripada penggunaan asam oksidator tunggal.

Bahan organik dimisalkan sebagai  $(\text{CH}_2\text{O})_x$  didekomposisi oleh asam nitrat yang akan menghasilkan  $\text{CO}_2$  dan  $\text{NO}_x$ . Gas ini dapat meningkatkan tekanan pada proses destruksi. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, unsur yang diteliti terlepas dari ikatannya dengan bahan organik, kemudian diubah kedalam bentuk garamnya menjadi  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  yang mudah larut dalam air. Gas  $\text{NO}$  dihasilkan selama oksidasi bahan organik oleh asam nitrat, kemudian gas  $\text{NO}$  yang diupkan dari larutan dan bereaksi dengan oksigen menghasilkan gas  $\text{NO}_2$ , lalu gas ini diserap kembali di larutan. Adanya gas  $\text{NO}_2$  mengindikasikan bahwa bahan organik telah dioksidasi asam nitrat. Adapun reaksi yang terjadi antara asam nitrat dan asam peroksida dengan senyawa organik adalah (Wulandari dan Sukei, 2013):



Pada persamaan diatas, diketahui terjadi reaksi redoks, dimana  $\text{HNO}_3$  sebagai oksidator utama akan mengalami reduksi dari +5 menjadi +4, juga senyawa  $\text{H}_2\text{O}_2$  yang mengalami reduksi dari -1 menjadi -2, oleh sebab itu kedua asam kuat ini disebut sebagai agen pengoksidasi dalam destruksi tersebut. Kemudian senyawa organik dalam selada yang dimisalkan dengan  $(\text{CH}_2\text{O})_x$  akan mengalami oksidasi yaitu dari muatan 0 menjadi +4, sedangkan  $\text{Pb}$  akan diubah menjadi bentuk garam dengan muatan +2. Senyawa organik yang terdapat dalam sampel kemudian dioksidasi oleh  $\text{HNO}_3$  menghasilkan  $\text{CO}_2$  dan  $\text{NO}_2$  yang dapat meningkatkan tekanan pada proses destruksi. Akibat oksidasi bahan organik oleh asam nitrat, timbal dalam sampel akan lepas dari ikatannya, kemudian diubah kedalam bentuk garamnya menjadi  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  yang mudah larut dalam air.

Meskipun dilakukan proses pemanasan hingga suhu 180°C, timbal yang telah terikat tidak akan terlepas karena titik didih timbal sendiri sebesar 1740°C.

Setelah ditambahkan larutan pengoksidasi, kemudian *vessel* ditutup dan dimasukkan dalam pelindung dan dimasukkan kedalam alat *Microwave* sesuai dengan urutan masing-masing. Pada urutan nomer 1 merupakan *vessel* khusus yang disebut 'Master' karena pada *vessel* ini terdapat tambahan kabel khusus yang dapat disambungkan dengan sensor suhu dan tekanan, serta dapat dilihat pada monitor sehingga dapat diketahui suhu dan tekanan pada saat *microwave* dijalankan. Sedangkan *vessel* lain akan dianggap mengikuti karena berada dalam ruangan yang sama dengan *vessel* master. Setelah *vessel* telah dimasukkan semua, lalu *Microwave* ditutup dan di set nyala dengan suhu total 180°C selama 25 menit.

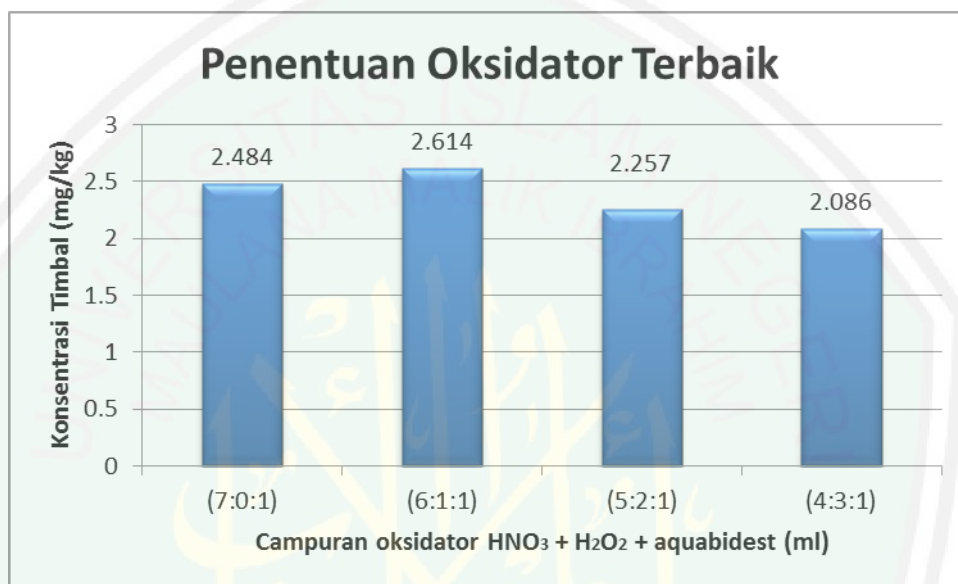
Menurut *Manual Book of SINEO*, adapun pengaturan suhu yang digunakan secara berturut-turut adalah 120°C sampai 10 menit pertama, lalu 150°C sampai menit ke 15, kemudian 180 °C sampai menit ke 25 yang telah di set secara otomatis pada alat dengan kekuatan 700 watt jika *vessel* yang dimasukkan berjumlah 6 *vessel*. Setelah itu ditekan tombol start dan alat akan bekerja secara otomatis hingga waktu yang telah ditentukan. Setelah proses destruksi selesai, *vessel* dikeluarkan dan didinginkan sampai suhu kamar agar suhu larutan tidak terlalu panas, lalu dibuka didalam lemari asam untuk menghindari gas asam nitrat yang bersifat *volatil*. Larutan yang dihasilkan kemudian ditampung di dalam botol *vial* dan ditentukan konsentrasi logam timbal (Pb) dengan menggunakan SSA.

Proses destruksi menggunakan *microwave* sendiri mempunyai kelebihan daripada destruksi konvensional seperti *refluks* atau destruksi kering. Seperti sistem yang sangat tertutup sehingga tidak ada analit berupa logam volatil yang hilang, proses destruksi yang cepat, dan juga larutan hasil dapat langsung di



analisis menggunakan SSA tanpa adanya proses penyaringan karena larutan yang dihasilkan telah jernih yang dapat diindikasikan terputusnya ikatan logam pada sampel sehingga diperoleh analit berupa Pb ionik.

Adapun hasil konsentrasi masing-masing larutan beserta ulangnya dapat tersaji pada diagram dibawah ini :



**Gambar 4.2** Diagram Penentuan Oksidator Terbaik

Dari diagram diatas, maka dapat diketahui bahwa kadar logam timbal (Pb) tertinggi , yaitu 2,614 mg/kg didapatkan dengan menggunakan variasi komposisi Oksidator HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + aquabidest (6:1:1), yang berarti bahwa pada campuran larutan ini mempunyai kadar logam Pb tertinggi. Hal ini sesuai dengan *standar method* yang disarankan pada *manual book of SINEO* dimana kombinasi HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sangat cocok apabila digunakan pada destruksi sayuran karena H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang mempunyai energi aktivasi tinggi akan mendekomposisi senyawa organik, sehingga hasil destruksi akan lebih maksimal. Hal ini dapat ditinjau dari kekuatan asam masing-masing larutan, yang dapat diketahui dengan nilai pKa, dimana H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> mempunyai nilai 11,75 dan HNO<sub>3</sub> mempunyai nilai pKa sebesar -1,3.

Semakin kecil nilai PKa suatu larutan, maka semakin mudah untuk melepaskan ion hidrogen, yang dapat dipastikan akan semakin besar kekuatan asamnya. Hal inilah yang mendasari pada campuran ketiga dan keempat (5:2:1) dan (4:3:1) yang diketahui kadar nilainya semakin kecil, yaitu 2,257 dan 2,086 mg/kg, yang berarti semakin banyak H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang digunakan akan semakin mempengaruhi nilai pKa dan menurunkan kekuatan asam, sehingga hasil destruksi yang didapatkan kurang maksimal.

Sedangkan apabila digunakan larutan tunggal seperti HNO<sub>3</sub> saja, akan menghasilkan asam yang kurang kuat untuk mendekomposisi logam dalam sampel organik. Oleh karena itu, penggunaan dua jenis asam kuat sebagai zat pengoksidasi akan meningkatkan kekuatan asam, sehingga proses destruksi berlangsung maksimal.

Berdasarkan hasil yang telah diperoleh, maka untuk mengetahui hubungan antara variasi zat pengoksidasi dengan kadar logam timbal yang diperoleh dapat dilakukan dengan menggunakan uji statistik One way Anova. Uji ini menggunakan taraf signifikan sebesar 95%, dengan hipotesis sebagai berikut :

1.  $H_0 = 0$ , yang berarti tidak ada pengaruh antara variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam.
2.  $H_1 \neq 0$ , yang berarti ada pengaruh antara variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam.

Penentuan hipotesis ini akan diterima jika diikuti dengan aturan sebagai berikut :

1. Jika  $F_{hitung} > F_{tabel}$ , maka  $H_0$  ditolak.
2. Jika  $F_{hitung} < F_{tabel}$ , maka  $H_0$  diterima.

**Tabel 4.2** Hasil uji *one way anova* pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam timbal dalam sampel

	Sum of Squares	Df	Mean Square	F hitung	Sig.	F tabel
Between Groups	.557	3	.186			
Within Groups	.104	8	.013	14.208	.001	4.07
Total	.661	11				

Berdasarkan pada tabel diatas, dengan menggunakan tingkat kesalahan 0,05 dapat diperoleh nilai F hitung sebesar 14,208 dengan perbandingan nilai F tabel sebesar 4,07 yang berarti sesuai dengan aturan dimana  $F_{hitung} > F_{tabel}$ , maka  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima. Dalam hal ini dapat diartikan bahwa terdapat adanya pengaruh antara variasi metode destruksi dengan kadar timbal dalam sampel karena nilai signifikan yang didapat adalah kurang dari 0.05. Kemudian, analisa ini ditindak lanjuti dengan uji Tuckey untuk mengetahui apakah ada perbedaan signifikan antar perlakuan yang dapat dilihat pada lampiran 5, dimana diketahui kadar campuran  $HNO_3$  p.a +  $H_2O_2$  p.a + Aquabidest (6:1:1) memiliki perbedaan yang tidak signifikan dengan campuran  $HNO_3$  p.a + Aquabidest (7:1), kadar campuran  $HNO_3$  p.a + Aquabidest (7:1) memiliki perbedaan yang tidak signifikan dengan campuran  $HNO_3$  p.a +  $H_2O_2$  p.a + Aquabidest (5:2:1), dan kadar campuran  $HNO_3$  p.a +  $H_2O_2$  p.a + Aquabidest (5:2:1) memiliki perbedaan yang tidak signifikan dengan campuran  $HNO_3$  p.a +  $H_2O_2$  p.a + Aquabidest (4:3:1). Namun, kadar campuran  $HNO_3$  p.a +  $H_2O_2$  p.a + Aquabidest (6:1:1) memiliki perbedaan yang signifikan dengan campuran  $HNO_3$  p.a +  $H_2O_2$  p.a + Aquabidest (5:2:1) dan (4:3:1), sedangkan kadar campuran  $HNO_3$  p.a + Aquabidest (7:1)

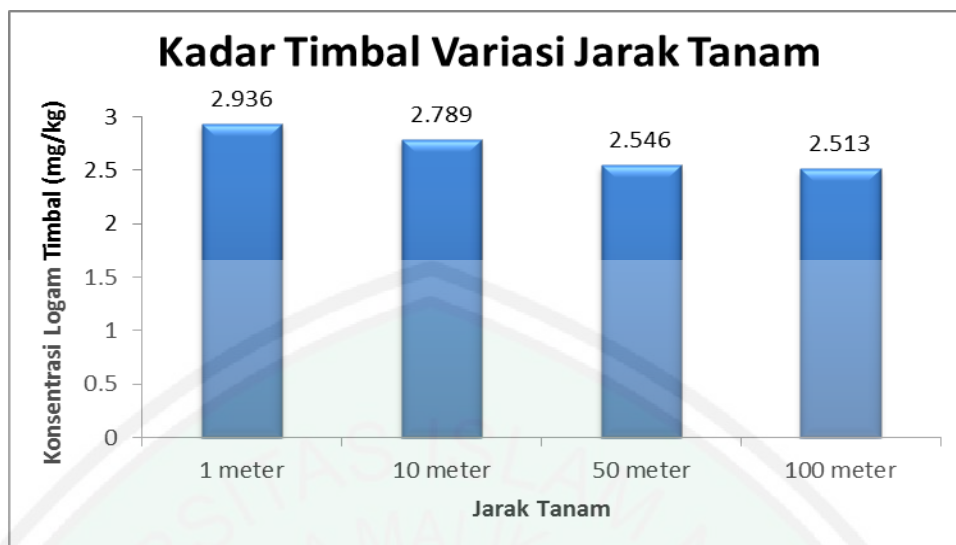
memiliki perbedaan yang signifikan dengan campuran  $\text{HNO}_3$  p.a +  $\text{H}_2\text{O}_2$  p.a + Aquabidest (4:3:1).

Dari hasil diatas, karena tidak adanya perbedaan signifikan antara campuran (6:1:1) dengan (7:1), maka diambil yang terbaik adalah campuran (6:1:1) karena selain mendapatkan hasil maksimal, juga karena penggunaan asam campuran lebih direkomendasikan oleh *manual book of SINEO* dan Wulandari dan Sukei (2013) dengan tinjauan nilai pKa dan kemampuan mendekomposisi logam tersebut.

#### **4.5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Selada dengan Variasi Jarak Tanam dari Jalan Raya**

Penentuan kadar timbal pada sampel selada ini menggunakan oksidator terbaik yang telah diperoleh sebelumnya, yaitu campuran  $\text{HNO}_3$  pekat +  $\text{H}_2\text{O}_2$  pekat + aquabides (6:1:1) menggunakan destruksi *microwave*. Adapun sampel yang digunakan adalah selada yang diambil dengan variasi jarak tanam dari jalan raya dengan jarak 1 meter, 10 meter, 50 meter, dan 100 meter yang diuji dengan tiga kali pengulangan pada masing-masing jarak agar didapatkan kevalidan dan keakuratan hasil destruksi pada masing-masing variasi. Adapun konsentras timbal yang diperoleh setelah dilakukan destruksi dan dianalisis dengan SSA dapat diketahui bahwa jarak tanam sayuran dari jalan raya akan mempengaruhi kadar logam yang dikandungnya. Pada jarak 1 meter, 10 meter, 50 meter dan 100 meter secara berturut-turut adalah 2,935 mg/kg; 2,789 mg/kg; 2,546 mg/kg; dan 2,513 mg/kg.

Sedangkan hasil data diatas dapat disajikan dalam diagram seperti dibawah ini :



**Gambar 4.3** Diagram batang konsentrasi Pb berdasarkan jarak tanam dari jalan raya.

Berdasarkan data yang telah diperoleh, diketahui bahwa semakin jauh sampel dari jalan raya, maka kadar logam yang terdeteksi juga semakin kecil. Data ini kemudian diolah dengan uji Tuckey dan diketahui bahwa perbedaan kadar yang diperoleh tidak signifikan, misalkan dari jarak 1 meter ke 10 meter. Hal ini dimungkinkan karena struktur tanah dan kandungannya masih hampir sama, dan karena jaraknya yang masih cukup dekat. Namun, kadar yang diperoleh sangat berbeda secara signifikan dari jarak 1 meter ke 50 dan 100 meter seperti pada tabel dibawah ini :

Jarak	N	Subset for alpha = 0.05		
		1	2	3
1 meter	3	2.51267		
10 meter	3	2.54567	2.54567	
50 meter	3		2.78900	2.78900
100 meter	3			2.93633
Sig.		.97	.070	.341

**Tabel 4.3** Hasil uji Tuckey pada Jarak Tanam

Secara umum, sumber pencemar utama dari jalan raya berasal dari asap kendaraan bermotor yang melewati jalan, dimana salah satu produk gas buangnya



adalah TEL (*tetra ethyl lead*) yang ternyata masih digunakan pada sebagian bahan bakar yang mengakibatkan polusi udara dan mempengaruhi tanaman disepanjang pinggir jalan karena partikel-partikel timbal yang bertebaran di udara dapat jatuh ke tanah, air, bahkan pada daun tanaman yang berada disekitarnya, yang menyebabkan kadar timbalnya semakin naik. Berdasarkan data yang telah dikeluarkan Badan Pengawasan Dampak Lingkungan (Bapedal) DKI tahun 1998 dalam Astawan (2005), kadar timbal di udara Jakarta rata-rata mencapai  $0,5 \text{ mg/m}^3$  udara, yang bahkan bisa lebih tinggi lagi di daerah padat lalu lintas seperti terminal bus yang mencapai  $2-8 \text{ mg/m}^3$  udara. Oleh karena itu, dapat diperkirakan ketika tahun 2017 ini sudah berapa persen pertumbuhan penduduk dan angka pengendara kendaraan bermotor yang melintasi setiap jalan, baik di kota ataupun di desa, sehingga dapat dipastikan kontaminan di udara akan semakin banyak.

Selain itu, faktor pencemar lain yang dimungkinkan dapat mengkontaminasi sampel selada seperti kandungan timbal dalam tanah yang dapat berasal dari jenis tanah, polusi yang terabsorb juga dari jenis batuan yang berada didalam tanah. Pada air yang berasal dari limbah buangan, atau dari pupuk dan pestisida yang berasal dari kandungan produk yang digunakan. Menurut Darmono (1995), kontaminasi logam timbal (Pb) pada air bisa disebabkan karena pembuangan limbah industri ke sungai dan perairan tersebut yang dimanfaatkan untuk irigasi pertanian. Logam timbal (Pb) yang ada di tanah berasal dari pemakaian yaitu pestisida dan insektisida untuk pertanian. Sumber logam timbal (Pb) lewat tanah terjadi ketika partikel logam timbal (Pb) yang berterbangan di udara akan terbawa oleh air hujan sehingga senyawa logam timbal (Pb) yang terlepas di udara sebagai aerosol, oleh adanya angin dapat jatuh ke tanah, sehingga logam timbal (Pb) diserap oleh akar tanaman. Sedangkan menurut

Alloway, rata-rata kadar timbal yang terdapat pada beberapa pupuk berada pada kisaran 1,1 – 2,7 mg/kg.

Bedasarkan hasil analisis yang telah dilakukan, maka dapat diketahui bahwa sayur selada yang ditanam di pinggir jalan kawasan peranian desa Sumberejo kota Batu masih terkontaminasi logam timbal dengan kadar diatas ambang batas yang telah ditentukan oleh SNI yaitu 0,5 mg/kg.

Sedangkan untuk meminimaisir kontaminan tersebut, dapat dilakukan dengan cara dicuci. Dalam penelitian Putri (2015), didapatkan hasil kadar timbal yang terdapat dalam beberapa sayuran mengalami penurunan setelah dicuci menggunakan air mengalir daripada kadar timbal sebelum dicuci. Penelitian lain oleh Pasaribu (2004) juga mendapatkan hasil yang sama, dimana hasil kadar Logam Timbal dalam sayuran setelah dimasak jauh lebih rendah daripada pada sayuran yang belum dimasak.

#### **4.6. Analisis Hasil Temuan dengan Konsep KeIslaman**

Makanan yang sehat adalah makanan yang bermanfaat bagi tubuh dan tidak mengandung bahan-bahan berbahaya yang dapat mengakibatkan tubuh menjadi sakit. Islam secara gamblang memberikan penjelasan tentang bagaimana makanan yang baik dan makanan yang tidak meyeatkan. Didalam Al-qur'an telah termaktub beberapa ayat yang menjelaskan secara umum bagaimana manfaat makanan bagi jiwa dan raga manusia yang kemudian dapat dibuktikan dengan berbagai penelitian-penelitian ilmiah yang semakin berkembang pada zaman modern ini.

Makanan, secara umum adalah zat yang dibutuhkan tubuh untuk menjadi bahan bakar dan agar dapat bertahan hidup. Secara umum, porsi kesehatan dapat

terbagi menjadi 4 sehat 5 sempurna. Salah satu makanan penting yang dibutuhkan tubuh berasal dari tanaman, berupa buah, sayur, biji-bijian, dan banyak lagi.

Hal ini sesuai dengan yang termaktub dalam Q.S. Asy-Syu'araa' ayat 7 yang berbunyi :

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

Artinya : *“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya kami tumbuhkan di bumi itu pelbagai macam tumbuhan yang baik?”*

Dalam Q.S. Al-Maidah ayat 88 juga dikatakan :

كُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا وَاتَّقُوا اللَّهَ الَّذِي أَنْتُمْ بِهِ مُؤْمِنُونَ

Artinya : *“Dan makanlah yang halal dan lagi baik dari apa yang Allah telah rezekikan kepadamu dan bertawakallah kepada Allah yang kamu beriman kepada-Nya.”*

Kedua ayat diatas menjelaskan secara umum bagaimana manusia harusnya memilih makanan yang halal dan baik, dimana makanan yang halal dan baik pasti akan membawa manfaat yang baik pula terhadap tubuh, juga ke jiwa. Menurut Shihab (1997), makanan halal adalah makanan yang diperbolehkan secara syariat, sedangkan makanan baik adalah makanan yang memenuhi klasifikasi layak makan secara ilmu kesehatan, sehingga tidak semua makanan baik itu halal dikonsumsi.

Penelitian tentang analisis kadar logam timbal pada sayur selada yang diambil pada lahan pertanian dengan variasi jarak tanam ini didapatkan hasil yang lebih tinggi daripada kadar minimal yang telah ditetapkan oleh SNI, yaitu sebesar 0,5 mg/kg. Hal ini berarti bahwa sayur selada ini tidak layak dikonsumsi secara

langsung karena masih terkontaminasi oleh zat-zat berbahaya. Apabila ditinjau dari segi agama, maka dapat dikatakan bahwa jika dikonsumsi akan ber hukum haram, karena mengandung zat berbahaya dan dapat merusak tubuh.

Oleh karena itu, lebih baik apabila bahan makanan yang akan dikonsumsi terlebih dahulu untuk dicuci dan dimasak apabila memungkinkan untuk mengurangi dan menghindari zat berbahaya yang masuk kedalam tubuh melalui makanan. Selain itu, apabila terlalu banyak dikonsumsi juga akan berbahaya, meskipun sebenarnya masih ada ambang batas diperbolehkan masuknya kadar logam tersebut kedalam tubuh. Islam secara tegas melarang umatnya untuk bertindak berlebihan, seperti makan dan minum yang terlalu banyak hingga kekenyangan, atau diluar kemampuan perut untuk menampung makanan yang kita makan, karena yang demikian akan mendatangkan penyakit dan berbahaya bagi kesehatan tubuh. Hal ini sesuai dengan firman Allah Q.S Al-A'raf ayat 31 :

يَا بَنِي آدَمَ خُذُوا زِينَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوا وَشَرِبُوا وَلَا تُسْرِفُوا إِنَّهُ لَا يُحِبُّ  
الْمُسْرِفِينَ

Artinya : *“Hai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah di setiap (memasuki) mesjid, makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan.”*

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### ***Kesimpulan***

Berdasarkan hasil penelitian tentang penentuan kadar logam timbal (Pb) pada selada (*Lactuca sativa*) dengan metode destruksi *microwave* secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini, maka dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Zat pengoksidasi terbaik yang digunakan untuk mendestruksi logam timbal pada sampel selada dengan destruksi *microwave* adalah  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{aquabides}$  (6:1:1) dengan nilai sebesar 2,614 mg/kg.
2. Analisis kadar logam timbal pada selada dengan variasi jarak tanam 1 meter, 10 meter, 50 meter dan 100 meter berturut-turut adalah sebesar 2,935 mg/kg; 2,789 mg/kg; 2,546 mg/kg; dan 2,513 mg/kg.

#### ***Saran***

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka ada beberapa hal yang perlu untuk dilakukan sebagai tindak lanjut dan pengembangan dari penelitian ini, yaitu :

1. Perlu dilakukan analisis terhadap kadar logam timbal yang terdapat pada elemen lain seperti tanah, dan frekuensi penggunaan pupuk pada tanaman.
2. Perlu adanya penambahan perlakuan terhadap sampel antara kadar sebelum dicuci dan setelah dicuci menggunakan air mengalir.



## DAFTAR PUSTAKA

- Alina, K.P. dan Henry, K.P. 1989. *Trace Elements in Soil and Plants*. CRC Press, Inc.
- Alloway, B.J. 1995. *Heavy Metal in Soil*. Blackie Academy & Professional. Glasgow. London.
- Anderson, R. 1987. *Sample Pretreatment and Separation*. New York: John Willey & Sons.
- Anderson, K. 1999. *Analytical Techniques for Inorganic Contaminants*. Gaithersburg : AOAC International. 79-83.
- Anonymous. 2016. <https://kupasmotor.wordpress.com/2016/05/18/>. Diakses tanggal 1 November 2016.
- Anshori, J. 2005. *Materi Ajar Spektrometri Serapan Atom*. Bandung: Unpad Press.
- Apriyanto, A. 1989. *Analisis Pangan*. Bogor: Departemen Pendidikan dan Kebudayaan.
- Ariawan, I. W. B. 2016. Pengaruh Penggunaan Bahan Bakar Pertalite Terhadap Unjuk Kerja Daya, Torsi, dan Konsumsi Bahan Bakar pada Sepeda Motor Bertransmisi Otomatis. *Skripsi*. Fakultas Teknik Universitas Udayana. Bali.
- Astawan, Made. 2005. Awas Koran Bekas! Kompas Cyber Media. <http://www.kompas.com>. Diakses tanggal 22 Oktober 2016.
- Baird, C. 1995. *Environmental Chemistry*. New York: W.H. Freeman.
- Bakkali, K., Martos, N.R., Souhail, B., Ballesteros, E., 2009. *Characterization of trace metals in vegetables by graphite furnace atomic absorption spectrometry after closed vessel microwave digestion*. Food Chemistry. 116, 590-594.
- Basset, J.R., C. Denney, G.H, Jeffrey, J. Mendhom. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*. Jakarta:EGC.
- Bloembergen, S., Steenis, V., CGGJ den Hoed, D., & Eyma, P.J. 1975. *Flora Untuk Sekolah di Indonesia*. Jakarta: PT. Pradnya Paramita.
- Bortolli, A., Gerotto, M., Machoiro, M., Palonta, T., dan Attiolo. 1995. *Analytical Problems in Mercury Analysis of Seafood*. Ann 1<sup>st</sup>. sanita. 31:359-362.

- BPOM. 2007. *Buletin BPOM RI :Keamanan Pangan*. Jakarta : Deputi Bidang Pengawasan Keamanan Pangan dan Bahan Berbahaya Badan BPOM. ISSN : 1693-9344.
- Cahyono, B. 2014. *Teknik Budidaya Daya dan Analisis Usaha Tani Selada*. Semarang: CV. Aneka Ilmu.
- Chasteen, T. G. 2000. *Atomic Absorbption Spectroskopy*. Texas: Departemen of Chemistry, Sam Houston State University.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI Press.
- Day and 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*. Jakarta: Dit. PPM dan PLP Departemen Kesehatan RI.
- Dewi, C. D. 2012. Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah dan Destruksi Kering. *Jurnal Alchemy*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang.
- Dewi, F. R. 2005. Pengaruh Jenis Asam Pendestruksi Terhadap Kadar Logam Berat Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu) dalam Ikan. *Skripsi*. Yogyakarta: UNY.
- Direktorat Gizi. 1979. *Kandungan Gizi dalam 100g Selada*. Departemen Kesehatan RI.
- Evan, S. J. Johson, M.S. dan Leah, R.T. 2011. *Determination of Mercury in Fish Tissue, A Rapid, Automated Tehnique for Routine Analysis*. School of Biology University of Liverpool. England.
- Fardiaz, 1992. *Polusi Air dan Udara*. Yogyakarta: Kanisius.
- Fardiaz. 2001. *Polusi Air dan Udara*. Diterbitkan dalam rangka Kerja Sama dengan Pusat.
- Gandjar, Ibnu Gholib, dan Rohman, Abdul. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka pelajar.
- Gusnita, D. 2012. Pencemaran Logam Berat Timbal (Pb) di Udara dan Upaya Penghapusan Bensin Bertimbal. *Jurnal Berita Dirgantara* Vol.13 No.03 LAPAN.
- Harmita. 2006. *Buku Ajar Analisis Fisikokimia*. Depok: Departemen Farmasi
- Haryanto, E. 2003. *Sawi dan Selada (edisi revisi)*. Depok : Penebar Swadaya, 8-24.

- Hayati, E. 2010. Pengaruh pupuk Organik dan Anorganik Terhadap Kandungan Berat dalam Tanah dan Jaringan Tanaman Selada. USK Banda Aceh. *Jurnal Agroteknologi* FTP J. Floratek 5: 113-123.
- Hidayat, Yayan Sofyan. 2015. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang
- Hidayati, Ervina, N. 2013. Perbandingan Metode Destruksi Pada Analisis Pb dalam Rambut dengan AAS. *Skripsi*. Semarang:UNNES
- Humpreys, DJ. 1988. *Veterinary Toxicology*. Ed. Ke-3. Sydney: Balleire Tindal.
- Jalbani, N., Aftab, A.K., Bhutto, S., Ahmed, F. dan Mahzore, A.K. 2014. Evaluation of toxic Elements in Rice (*Oryza sativa*) Commercially Available in Pakistan; Multivariate Study. *International Food Research Journal* 21(1): 255-261
- Jimoh, W.L.O., dan Mahmud I.M., 2012. Assasement of Cadmium and Lead in Soil and Tomatoes Grown in Irrigated Farmland of the Kaduna Metropolis Nigeria. *Research Journal of Environmental and Eart Sciences* 4 (1): 55-59, 2012. ISSN: 2041-0492. Maxwell Scientific Organization.
- Kartikasari, M. 2016. Analisis Logam Timbal (Pb) pada Buah Apel (*Pylus Malus L.*) Dengan Metode Destruksi Basah Secara Spektrofotometer Serapan Atom. Skripsi. Malang: F. SAINTEK UIN Maliki Malang
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press
- Michael, J. Moran., Rick M. Clawges, dan John Zogorski. 2000. *Identifying the Usage Patterns of Methyl TertButhyl Ether (MTBE) and Other Oxygenates in Gasoline Using Gasoline Surveys*. US Geological Survey
- Muchtadi. 2009. *Destruksi Basah dan Kering*. Makassar: UNHAS Press
- Muljia, J.C. dan Miller, J.N. 1991. *Statistika Untuk Kimia Analitik edisi Kedua*. Terjemahan Suroso. Bandung: Penerbit ITB
- Mulyani, O. 2007. Studi Perbandingan Cara Destruksi Basah Pada Beberapa Sampel Tanah Asal Aliran Sungai Citarum Dengan Metode Konvensional dan Bomb Teflon. *Tesis*. Bandung: ITB
- Mukono, H.J. 2002. *Pencemaran Udara dan Pengaruhnya Terhadap Gangguan Saluran Pernafasan*. Surabaya: UNAIR Press.
- Namik, K., Aras, O., dan Ataman, Y. 2006. *Trace Element analysis of Food and Diet*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry Hal 66-67.

- Naria, E. 2005. Mewaspada Dampak Bahaya Pencemar Timbal (Pb) di Lingkungan Terhadap Kesehatan. *Jurnal Komunikasi Penelitian*, 14 (4) 3 - 4.
- Nuraini, T. 2011. Metode Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sosis Kaleng Menggunakan Destruksi Basah dengan Variasi Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Malang: F.SAINTEK UIN Maliki Malang.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta:Rineka Cipta.
- Pasaribu, I.H., 2004. Kadar Timbal (Pb) pada Beberapa Tanaman Sayuran Sebelum dan Sesudah Dimasak di Kota Medan dan Berastagi Tahun 2004. *Skripsi*. Medan. Departemen Kesehatan Lingkungan FKM USU.
- Piotrowski, JK., Coleman, DO. 1980. *Environmental Hazard of Heavy Metal:Summary Evaluation of Lead, Cadmium, and Mercury*. Geneva: WHO.
- Purnamisari, Ratna, M. 2012. Analisis timbale, tembaga, cadmium pada daun dan batang selada, bayam merah, dan genjer secara spektrofotometri serapan atom. *Skripsi*. Depok: FMIPA UI.
- Putri, Widya Eka, Evi Naria, Nurmaini. 2015. Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Sayuran Selada dan Kol yang Dijual di Pasar Kampung Lalang Medan Berdasarkan Jarak Lokasi Berdagang Dengan Jalan Raya Tahun 2015. *Jurnal Departemen Kesehatan Lingkungan FKM USU Medan*.
- Qardhawiy, Y. 2000. *As Sunnah Sebagai Sumber Ilmu Pengetahuan Dan Peradaban*. Jakarta: Pustaka Al-Kautsar.
- Raimon. 1993. Perbandingan metode destruksi basah dan kering secara spektrofotometri serapan atom. *Pros. Lok. Nas. Spektrofotometri Serapan Atom*.
- Ratnasari, G.A., Henny K., Siska, I.M., Suastuti, D.A. 2013. Kandungan Logam Total Pb Dan Cu Pada Sayuran dari Sentra Hortikultura Daerah Bedugul. *Jurnal Kimia* 7 (2), Juli 2013: 127-132.
- Ridwan, Akhmad. 2015. Tanggapan Pengunjung Terhadap Wisata Petik Sayur Desa Sumberejo Kota Batu. *Skripsi*. Jurusan Pendidikan Geografi, Fakultas Ilmu Sosial, Universitas Negeri Malang.
- Riyadina, W. 1997. *Pengaruh Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Rohman. A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Rubatzky, V. E. dan M. Yamaguchi. 1998. *Sayuran Dunia 2 Prinsip, Produksi, dan Gizi*. Bandung: ITB.



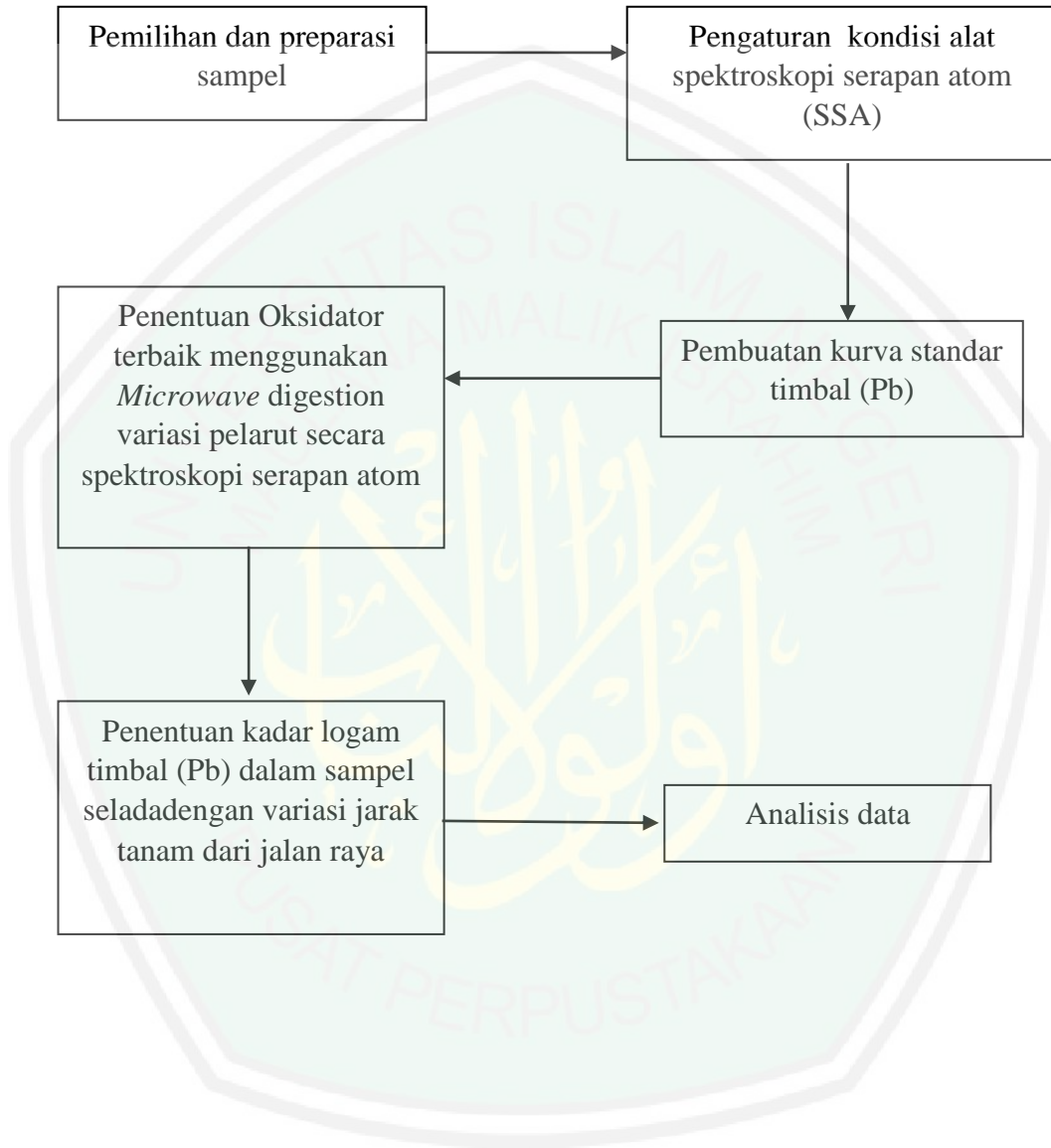
- Saparinto, Cahyo. 2013. *Grow Your Own Vegetables*. Yogyakarta : Andi Offset.
- Saryan, L. A., Zenz, C. 1994. *Lead and its Compounds*. New York: Occupational Medicine.
- Setyaningrum, H.D. dan Saparinto, C. 2011. *Panen sayur Secara Rutin di Lahan Sempit*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Sharma, N., Balaji, P.M.. 2014. Analysis of Heavy Metals Content in Spices Collected from Local Market of Mumbai by using Atomic Absorption Spectrometer. *Global Journal for Research Analysis International*. Volume 3, issue 5, ISSN No. 2277-8160.
- Shihab, Q. 1997. *Membumikan Al-Qur'an Fungsi dan Peran Wahyu dalam Kehidupan Masyarakat*. Bandung : Mizan.
- Shihab, Q. 1997. *Wawasan Al-Qur'an Tafsir Maudhui Atas Pelbagai Persoalan Ummat*. Bandung : Mizan.
- Skoog, D.A. 2000. *Principles of Instrumental Analysis*. USA: CSB College Publishing.
- SNI 7387:2009. *Batas Maksimum Cemaran Logam dalam Pangan*. SNI (Standar Nasional Indonesia).
- Soedigdo. 1981. *Permasalahan Kimia Masa Kini*. Bandung: ITB Press.
- Sudarmadji. 2007. *Analisis Bahan Makanan dan Pertanian*. Yogyakarta: Liberty
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh Secara Kering dalam Analisa Unsur-unsur Fe, Cu, Mn, dan Zn dalam Contoh-contoh Biologis. *Prosiding Seminar Nasional Metode Analisis*. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI
- Supriati, Y., dan E. Herlina. 2014. *15 Sayuran Organik dalam Pot*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Supriyanto, Samin, dan Zainul, K. 2007. Analisis Cemaran Logam Berat Pb, Cu dan Cd pada Ikan Air Tawar dengan Metode Spektrometri Nyala Serapan Atom (SSA). *Prosiding Seminar Nasional III SDM Teknologi Nuklir*. Yogyakarta. ISSN 1978-0176.
- Surani, R. 2002. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta :Gadjah Mada University Press
- Surtipanti, S., June, M., Yumiarti, Suwirma, S. 1992. *Penentuan Logam Berat dalam Pupuk Fosfat*. Jakarta: Pusat Aplikasi Isotop dan Radiasi, BATAN (PAIR/T-172/1992).



- Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*. Yogyakarta: Laboratorium Instrumentasi Terpadu UII
- Triani, I. L. 2010. Kandungan Pb dan Cd pada Tanaman Kangkung (*Ipomea aquatic Forsk*) yang Ditanam di Sekitar Jalan Ida Bagus Mantra Menuju Klungkung. *Laporan Penelitian Dosen Muda*. Bali: Universitas Udayana.
- Widowati, N. 2008. *Efek Toksik Logam*. Yogyakarta : Andi.
- WHO. 1977. *Lead Environmental Health Criteria 3*. Geneva
- Widaningrum, Miskiyah, dan Suismono. 2007. Bahaya Kontaminasi Logam Berat Dalam Sayuran Dan Alternatif Pencegahan Cemarannya. *Buletin Teknologi Pascapanen Pertanian*.
- Wijaya, Rudi. 2012. Pembuatan Aditif Bensin Melalui Perengkahan Katalitik Metil Ester Minyak Sawit dan Penambahan Gugus Nitro. *Skripsi*. Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Indonesia
- Wulandari, E.A dan Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd, dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma cottoni*). Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, ITS. *Jurnal Sains dan Seni Pomits*. Vol. 2, No.2

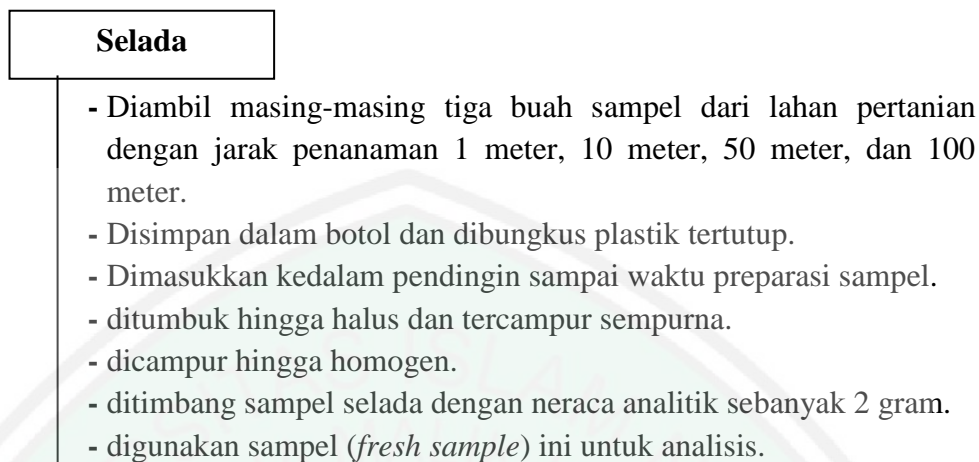
## LAMPIRAN

### Lampiran 1 : Rancangan Penelitian



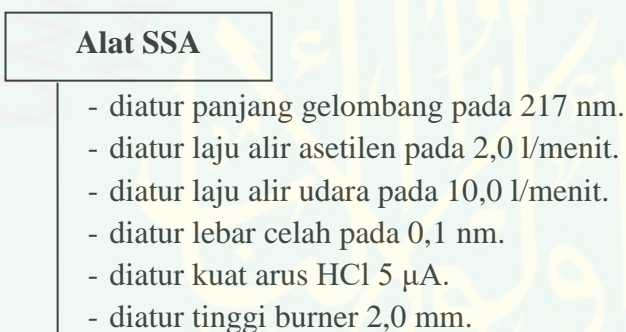
## Lampiran 2 : Diagram Alir

### 1. Pengambilan dan preparasi Sampel



**Hasil**

### 2. Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)



**Hasil**

### 3. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

**Timbal (II) Nitrat 1000 mg/L**

- diambil 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL.
- diencerkan menjadi 100 ppm sampai tanda batas.

**Larutan Induk Timbal 10 mL**

- diambil 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 4 mL, 7 mL masing-masing dimasukkan dalam labu ukur 50 ml dan diencerkan sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar Pb 0,1 mg/L, 0,2 mg/L, 0,4 mg/L, 0,8 mg/L, dan 1,4 mg/L.
- dianalisis sederetan larutan standar Pb dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm.

**Larutan Induk 1000 ppm**

#### 4. Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan *Microwave Digestion* Secara Spektroskopi Serapan Atom

##### Sampel Campuran

- ditimbang 2 gram sampel sayur selada hasil preparasi kedalam *vessel*.
- ditambahkan dengan 8 mL campuran HNO<sub>3</sub>p.a, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>p.a, dan aquabides sesuai tabel ke dalam *vessel*.

Sampel	Larutan (mL)			Perbandingan	Referensi
	HNO <sub>3</sub> p.a	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> p.a	Aquabides		
Selada	7	-	1	7 : - : 1	Vera(2011)
	6	1	1	6 : 1 : 1	Sineo
	5	2	1	5 : 2 : 1	Jalbani (2014)
	4	3	1	4 : 3 : 1	

- diaduk perlahan.
- dimasukkan *vessel* kedalam pelindung HTC, lalu ditutup dengan penutupnya dan dikencangkan.
- dimasukkan bejana kedalam *microwave digestion system*, lalu disambungkan dengan sensor suhu.
- dinyalakan *Microwave* dengan suhu 130<sup>0</sup>C selama 10 menit pertama, lalu dinaikkan pada suhu 150<sup>0</sup>C sampai menit ke 15, dan dinaikkan pada suhu 150<sup>0</sup>C sampai menit ke 25 dengan kekuatan tetap pada 700 watt.
- dikeluarkan *vessel* setelah proses destruksi selesai dan didinginkan sampai suhu kamar, kemudian bejana dibuka.
- ditampung larutan hasil destruksi ke dalam botol *vial*.
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
- dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulangan pada masing-masing jenis dan komposisi zat pengoksidasi.
- dianalisis dengan metode uji varian *one way Anova* untuk mengetahui apakah penggunaan variasi jenis larutan asam pengoksidasi dengan perbandingan komposisi campuran yang berbeda dalam metode *Microwave digestion* mempunyai pengaruh pembacaan konsentrasi timbal dengan instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

##### Hasil

## 5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Selada Dengan Variasi Jarak Tanam dari Jalan raya

### Sampel campuran

- ditimbang 2 gram sampel selada
- dianalisis dengan menggunakan variasi zat pengoksidasi terbaik yang telah dihasilkan sebelumnya, sehingga didapatkan variasi penentuan kadar logam timbal berdasarkan jarak tanam seperti tabel berikut:

Jarak Penanaman		Analisis kadar logam timbal (Pb)		
		Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
1 meter	A			
10 meter	B			
50 meter	C			
100 meter	D			

- dilakukan uji kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
- dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulangan pada masing-masing jarak penanaman.
- dianalisis dengan metode uji varian *one way Anova* untuk mengetahui apakah penggunaan variasi zat pengoksidasi terbaik mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi.

### Hasil



### Lampiran 3

#### Perhitungan Preparasi Bahan

##### 1. Pembuatan larutan stok 1000 ppm $\text{Pb}^{2+}$ dalam persenyawaan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

$$\text{Mr Pb}(\text{NO}_3)_2 = 331,2 \text{ g/mol}$$

$$\text{Ar Pb} = 207,19 \text{ g/mol}$$

$$= \frac{\text{Mr Pb}(\text{NO}_3)_2}{\text{Ar Pb}} \times 1000 \text{ mg}$$

$$= \frac{331,29 \text{ g/mol}}{207,19 \text{ g/mol}} \times 1000 \text{ mg}$$

$$= 1598,97 \text{ mg}$$

$$= 1,59897 \text{ gram}$$

Jadi, 1,59897 gram  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dilarutkan dalam 1000 mL larutan aquadest dan menjadi larutan baku Pb 1000 mg/L.

##### 2. Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)

###### a. Pembuatan larutan 1000 ppm menjadi 10 ppm dalam 100 mL

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 10 mg/L dibuat dengan 1 mL larutan stok 1000 mg/L yang diencerkan dalam takar 100 mL dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M

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

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 0,1 mg/L dibuat dengan 0,5 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M.

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

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 0,2 mg/L dibuat dengan 1 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M.

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

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 0,4 mg/L dibuat dengan 2,0 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M.

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

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 0,8 mg/L dibuat dengan 4,0 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M.

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

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

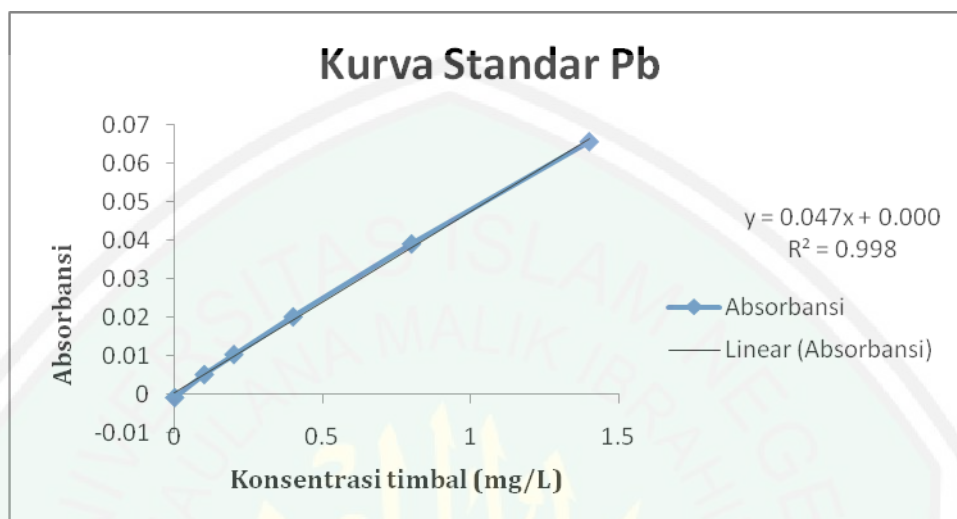
$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

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

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

Jadi, larutan standar 1,4 mg/L dibuat dengan 7,0 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO<sub>3</sub> 0,5 M.

### Hasil Uji Linearitas dan Sensitivitas



- linearitas ditunjukkan dengan nilai  $R^2 = 0,9987$
- Sensitivitas ditunjukkan dengan nilai slope (kemiringan) = 0,0472

### 3. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Hasil Preparasi

#### a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

No	Variasi Zat Pengoksidasi	Absorbansi Logam Timbal (Pb) Hasil AAS (mg/L)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	HNO <sub>3</sub> + aquabides (7:1)	0,610	0,640	0,650
2	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> +aquabides(6:1:1)	0,610	0,690	0,670
3	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> +aquabides(5:2:1)	0,560	0,580	0,570
4	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> +aquabides(4:3:1)	0,550	0,550	0,490

#### b. Kadar Sebenarnya

No	Variasi Zat Pengoksidasi	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)			
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Rata-rata
1	HNO <sub>3</sub> + aquabides (7:1)	2,425	2,499	2,527	2,481
2	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> +aquabides (6:1:1)	2,43	2,75	2,663	2,614
3	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> +aquabides (5:2:1)	2,19	2,306	2,276	2,257
4	HNO <sub>3</sub> +H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> +aquabides (4:3:1)	2,133	2,174	1,952	2,086

$$\text{konsentrasi sebenarnya} = \frac{\text{konsentrasi hasil pembacaan} \times F_p}{\text{berat sampel}}$$

1. Pendestruksi HNO<sub>3</sub> + aquabides (7:1)

$$R1 = \frac{610 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,012 \text{ gr}} = 2,425 \text{ mg/gr}$$

$$R2 = \frac{640 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,049 \text{ gr}} = 2,499 \text{ mg/gr}$$

$$R3 = \frac{650 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,058 \text{ gr}} = 2,527 \text{ mg/gr}$$

2. Pendestruksi HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + aquabides (6:1:1)

$$R1 = \frac{610 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,008 \text{ gr}} = 2,43 \text{ mg/gr}$$

$$R2 = \frac{690 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,004 \text{ gr}} = 2,75 \frac{\text{mg}}{\text{gr}}$$

$$R3 = \frac{670 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,013 \text{ gr}} = 2,663 \text{ mg/gr}$$

3. Pendestruksi HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + aquabides (5:2:1)

$$R1 = \frac{560 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,045 \text{ gr}} = 2,19 \text{ mg/gr}$$

$$R2 = \frac{580 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,012 \text{ gr}} = 2,306 \frac{\text{mg}}{\text{gr}}$$

$$R3 = \frac{570 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,003 \text{ gr}} = 2,276 \text{ mg/gr}$$

4. Pendestruksi HNO<sub>3</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + aquabides (4:3:1)

$$R1 = \frac{550 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,063 \text{ gr}} = 2,133 \text{ mg/gr}$$

$$R2 = \frac{550 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,024 \text{ gr}} = 2,174 \frac{\text{mg}}{\text{gr}}$$

$$R3 = \frac{490 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,008 \text{ gr}} = 1,952 \text{ mg/g}$$

#### 4. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Masing-masing Sampel

##### a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

No	Sampel	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)		
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	1 meter	698	758	750
2	10 meter	682	701	722
3	50 meter	608	653	663
4	100 meter	631	648	647

##### b. Kadar Sebenarnya

No	Variasi Zat Pengoksidasi	Kadar Logam Timbal (Pb) Hasil Destruksi (mg/L)			
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Rata-rata
1	1 meter	2,787	3,028	2,994	2,935
2	10 meter	2,710	2,782	2,875	2,789
3	50 meter	2,406	2,589	2,642	2,546
4	100 meter	2,483	2,549	2,506	2,513

$$\text{konsentrasi sebenarnya} = \frac{\text{konsentrasi hasil pembacaan} \times Fp}{\text{berat sampel}}$$

##### 1. Jarak 1 meter

$$R1 = \frac{698 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,0039 \text{ gr}} = 2,787 \text{ mg/gr}$$

$$R2 = \frac{758 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,0023 \text{ gr}} = 3,028 \text{ mg/gr}$$

$$R3 = \frac{750 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,0043 \text{ gr}} = 2,994 \text{ mg/gr}$$

##### 2. Jarak 10 meter

$$R1 = \frac{682 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,013 \text{ gr}} = 2,71 \text{ mg/gr}$$



$$R2 = \frac{701 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,016 \text{ gr}} = 2,782 \frac{\text{mg}}{\text{gr}}$$

$$R3 = \frac{722 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,01 \text{ gr}} = 2,873 \text{ mg/gr}$$

3. Jarak 50 meter

$$R1 = \frac{608 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,0214 \text{ gr}} = 2,046 \text{ mg/gr}$$

$$R2 = \frac{653 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,018 \text{ gr}} = 2,589 \frac{\text{mg}}{\text{gr}}$$

$$R3 = \frac{663 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,0076 \text{ gr}} = 2,642 \text{ mg/gr}$$

4. Jarak 100 meter

$$R1 = \frac{631 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,033 \text{ gr}} = 2,483 \text{ mg/gr}$$

$$R2 = \frac{648 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,034 \text{ gr}} = 2,549 \frac{\text{mg}}{\text{gr}}$$

$$R3 = \frac{647 \text{ mg/L} \times 0,008 \text{ L}}{2,066 \text{ gr}} = 2,506 \text{ mg/g}$$

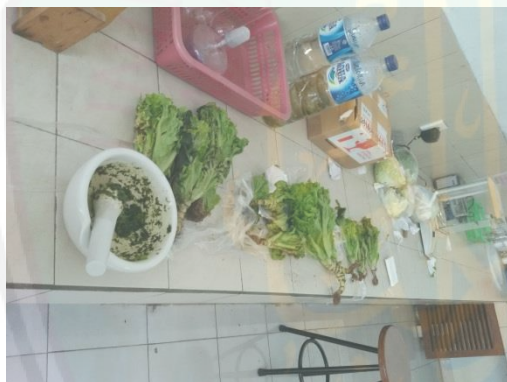
**Lampiran 4 : Dokumentasi**



Lokasi sampel dengan Jarak 1 dan 10 meter



Lokasi sampel dengan jarak 50 dan 100 meter



Preparasi Sampel



Seperangkat alat destruksi *Microwave*



Sampel siap untuk didestruksi



Beberapa hasil sampel setelah dianalisis menggunakan AAS

**Lampiran 5**

**Hasil data One way Anova Penentuan Destruksi Terbaik**

**Descriptives**

Kadar

		N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean
						Lower Bound
HNO3 + Aquabidest (7:1)		3	2.53333	.083267	.048074	2.32649
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)		3	2.62667	.166533	.096148	2.21298
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)		3	2.25733	.060211	.034763	2.10776
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)		3	2.08633	.118128	.068201	1.79289
Total		12	2.37592	.245175	.070776	2.22014
Model	Fixed Effects			.114287	.032992	2.29984
	Random Effects				.124357	1.98016

**Descriptives**

Kadar

	95% Confidence Interval for Mean	Minimum	Maximum	Between-Component Variance
	Upper Bound			
HNO3 + Aquabidest (7:1)	2.74018	2.440	2.600	
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	3.04036	2.440	2.760	
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	2.40691	2.190	2.306	

HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> + Aquabidest (4:3:1)		2.37978	1.952	2.174	
Total		2.53169	1.952	2.760	
Model	Fixed Effects	2.45200			
	Random Effects	2.77168			.057505

### Test of Homogeneity of Variances

Kadar

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
1.773	3	8	.230

### ANOVA

Kadar

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.557	3	.186	14.208	.001
Within Groups	.104	8	.013		
Total	.661	11			

## Post Hoc Tests

### Multiple Comparisons

Dependent Variable: Kadar

Tukey HSD

(I) Campuran	(J) Campuran	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.
HNO3 + Aquabidest (7:1)	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	-.093333	.093315	.754
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	.276000	.093315	.071
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	.447000*	.093315	.006
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	HNO3 + Aquabidest (7:1)	.093333	.093315	.754
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	.369333*	.093315	.018
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	.540333*	.093315	.002
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	HNO3 + Aquabidest (7:1)	-.276000	.093315	.071
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	-.369333*	.093315	.018
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	.171000	.093315	.326
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	HNO3 + Aquabidest (7:1)	-.447000*	.093315	.006
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	-.540333*	.093315	.002
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	-.171000	.093315	.326



### Multiple Comparisons

Dependent Variable: Kadar

Tukey HSD

(I) Campuran	(J) Campuran	95% Confidence Interval	
		Lower Bound	Upper Bound
HNO3 + Aquabidest (7:1)	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	-.39216	.20549
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	-.02283	.57483
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	.14817	.74583
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	HNO3 + Aquabidest (7:1)	-.20549	.39216
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	.07051	.66816
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	.24151	.83916
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	HNO3 + Aquabidest (7:1)	-.57483	.02283
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	-.66816	-.07051
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	-.12783	.46983
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	HNO3 + Aquabidest (7:1)	-.74583	-.14817
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	-.83916	-.24151
	HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	-.46983	.12783

\*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

## Homogeneous Subsets

Kadar

Tukey HSD<sup>a</sup>

Campuran	N	Subset for alpha = 0.05		
		1	2	3
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (4:3:1)	3	2.08633		
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (5:2:1)	3	2.25733	2.25733	
HNO3 + Aquabidest (7:1)	3		2.53333	2.53333
HNO3 + H2O2 + Aquabidest (6:1:1)	3			2.62667
Sig.		.326	.071	.754

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

**Lampiran 6**

**Hasil data One way Anova Penentuan Kadar Timbal berdasarkan Jarak Tanam dari Jalan Raya**

**Descriptives**

Kadar

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean
					Lower Bound
1 meter	3	2.93633	.130439	.075309	2.61230
10 meter	3	2.78900	.082722	.047760	2.58351
50 meter	3	2.54567	.123824	.071490	2.23807
100 meter	3	2.51267	.033501	.019342	2.42944
Total	12	2.69592	.201919	.058289	2.56762
Model			.100389	.028980	2.62909
Fixed Effects					
Random Effects				.101086	2.37422

**Descriptives**

Kadar

	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	Between-Component Variance
	Upper Bound				
1 meter	3.26036		2.787	3.028	
10 meter	2.99449		2.710	2.875	
50 meter	2.85326		2.406	2.642	
100 meter	2.59589		2.483	2.549	
Total	2.82421		2.406	3.028	
Model					
Fixed Effects		2.76274			
Random Effects		3.01762			.037514

### Test of Homogeneity of Variances

Kadar

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
2.205	3	8	.165

### ANOVA

Kadar

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.368	3	.123	12.167	.002
Within Groups	.081	8	.010		
Total	.448	11			

### Post Hoc Tests

#### Multiple Comparisons

Dependent Variable: Kadar

Tukey HSD

(I) Jarak	(J) Jarak	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
1 meter	10 meter	.147333	.081967	.341	-.11516	.40982
	50 meter	.390667*	.081967	.006	.12818	.65316
	100 meter	.423667*	.081967	.004	.16118	.68616
10 meter	1 meter	-.147333	.081967	.341	-.40982	.11516
	50 meter	.243333	.081967	.070	-.01916	.50582
	100 meter	.276333*	.081967	.039	.01384	.53882

50 meter	1 meter	-.390667*	.081967	.006	-.65316	-.12818
	10 meter	-.243333	.081967	.070	-.50582	.01916
	100 meter	.033000	.081967	.976	-.22949	.29549
100 meter	1 meter	-.423667*	.081967	.004	-.68616	-.16118
	10 meter	-.276333*	.081967	.039	-.53882	-.01384
	50 meter	-.033000	.081967	.976	-.29549	.22949

\*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

## Homogeneous Subsets

### Kadar

Tukey HSD<sup>a</sup>

Jarak	N	Subset for alpha = 0.05		
		1	2	3
100 meter	3	2.51267		
50 meter	3	2.54567	2.54567	
10 meter	3		2.78900	2.78900
1 meter	3			2.93633
Sig.		.976	.070	.341

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.