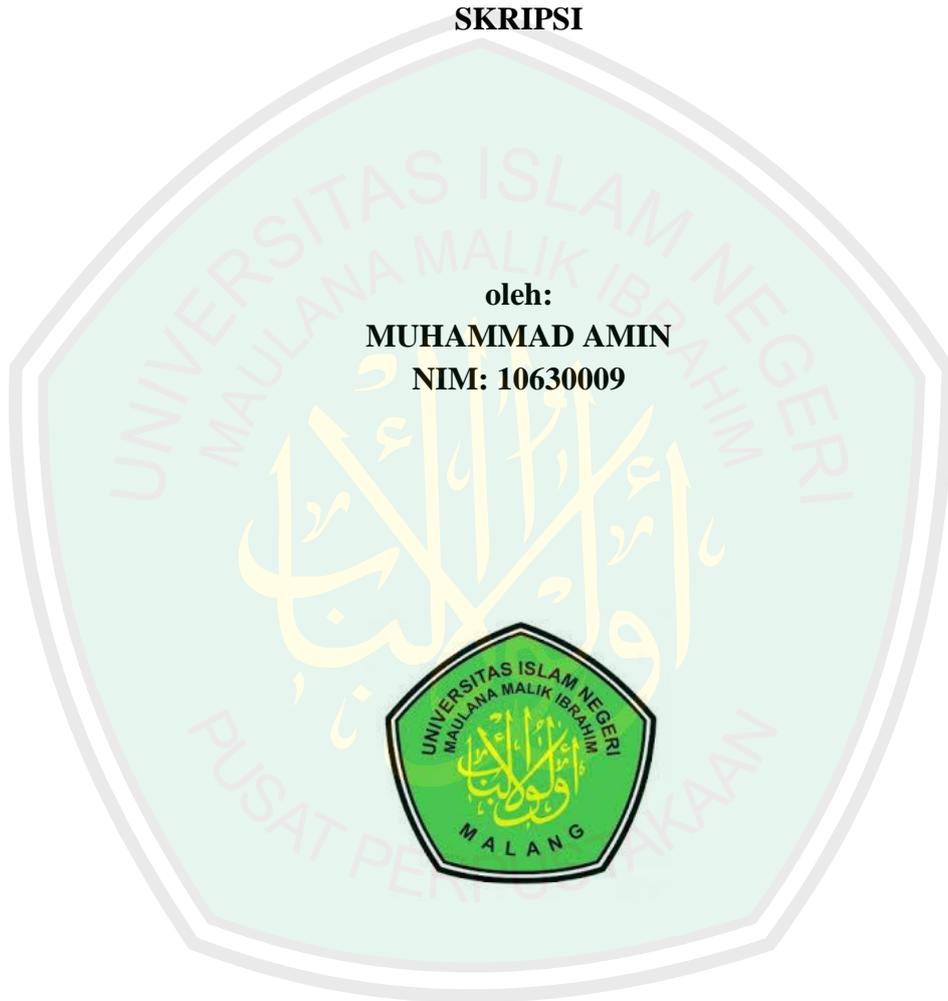


**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM MINUMAN
RINGAN BERKARBONASI MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH
SECARA SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

oleh:
MUHAMMAD AMIN
NIM: 10630009



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2015**

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM MINUMAN
RINGAN BERKARBONASI MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH
SECARA SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

oleh:
MUHAMMAD AMIN
NIM: 10630009

Diajukan Kepada :
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGRI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2015

PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM MINUMAN
RINGAN BERKARBONASI MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH
SECARA SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMMAD AMIN
NIM. 10690009

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal : 30 September 2015

Pembimbing I

Pembimbing II

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

A. Ghanaim Fasya, M.Si
NIP. 19820616 200604 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 1 002

PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM MINUMAN
RINGAN BERKARBONASI MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH
SECARA SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM

SKRIPSI

Oleh:
MUHAMMAD AMIN
NIM. 10690009

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal : 30 September 2015

Penguji Utama : Eny Yulianti, M.Si (.....)
NIP. 19760611 200501 2 006
Ketua Penguji : Susi Nurul Kholifah, M.Si (.....)
NIP. 20130902 2 317
Sekretaris Penguji : Diana Candra Dewi, M.Si (.....)
NIP. 19770720 200312 2 001
Anggota Penguji : A. Ghanaim Fasya, M.Si (.....)
NIP. 19820616 200604 1 002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 1 002

PERNYATAAN KEASLIAN PENULISAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Muhammad Amin

NIM : 10630009

Fakultas / Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Minuman Ringan Berkarbonasi Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya 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 mempertanggungjawabkan, serta diproses sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 23 Oktober 2015
Yang Membuat Pernyataan

Muhammad Amin
NIM. 10630009

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmaanirrahiim...

Alhamdulillah, segala puji bagi Allah swt yang senantiasa memberikan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi yang berjudul “Identifikasi Dan Uji Aktivitas Golongan Senyawa Antioksidan Ekstrak Kasar Buah Pepino (*Solanum muricatum* Aiton) Berdasarkan Variasi Pelarut” sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains (S.Si). Sholawat beserta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad saw yang telah membimbing kita dari zaman jahiliyah menuju zaman yang penuh dengan ilmu pengetahuan yakni *ad-Diin al-Islam* yang selalu kita harapkan syafa’at Beliau kelak di *al-yaum al-qiyamah*.

Penulis sadar bahwa skripsi ini tidak akan terwujud tanpa bantuan, pengarahan, bimbingan, dan motivasi dari berbagai pihak. Untuk itu, dengan segala kerendahan hati penulis menyampaikan ucapan terimakasih yang sebesar- besarnya serta penghargaan yang tak terhingga kepada:

1. Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Malang.
2. Dr. drh. Hj. Baiyyinatul Muchtaromah, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang.
3. Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang.
4. Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen pembimbing utama yang dengan penuh kesabaran, mengarahkan dan meluangkan waktunya untuk memberikan bimbingan sehingga skripsi ini terselesaikan.
5. A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen pembimbing agama, terimakasih atas segala saran dan pengarahannya dalam mengelaborasi agama dengan sains.
6. Elok Kamilah Hayati, M.Si. selaku konsultan terimakasih atas segala bimbingan, motivasi dan segala informasi sehingga skripsi ini terselesaikan.

7. Semua dosen dan laboran yang telah banyak membantu dalam menyelesaikan skripsi ini.
8. Kedua orang tua, atas jerih payah beliau, dan juga do'a yang tidak pernah putus untuk putrinya ini, terimakasih atas semuanya, *Jazakumullah khoiron katsiiron.*
9. Teman-teman Kimia, terutama angkatan 2010 beserta semua pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu yang telah membantu menyelesaikan skripsi ini. Terimakasih atas semuanya. Teman-teman Kimia, terutama angkatan 2010 beserta semua pihak yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu yang telah membantu menyelesaikan skripsi ini. Terimakasih atas semuanya.

Semoga skripsi ini bermanfaat dan dapat menambah khazanah ilmu pengetahuan Amiin ya Robbal 'Aalamiin.

Alhamdulillahirrabbi'l'aalamiin...

Malang, Oktober 2015

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	xi
ABSTRAK	xii

BAB I PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	7
1.3. Tujuan Penelitian	8
1.4. Batasan Masalah	8
1.5. Manfaat Penelitian.....	9

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minumam Ringan.....	10
2.1.1 Bahan Baku Pembuatan Minuman Berkarbonasi	10
2.1.1.1 Sukrosa	10
2.1.1.2 Air.....	12
2.1.1.3 Karbondioksida	13
2.1.1.4 Konsentrat	13
2.2 Logam Timbal (Pb)	14
2.3 Kemasan Minuman Ringan Berkarbonasi.....	17
2.3.1 Kemasan Kaleng	17
2.3.2 Kemasan Botol Plastik.....	19
2.3.3 Kemasan Botol Kaca.....	20
2.4 Spektroskopi Serapan Atom.....	21
2.4.1 Prinsip Kerja Spektroskopi Serapan Atom	22
2.4.2 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom.....	23
2.4.2.1 Sel Atom.....	24
2.4.2.2 Sumber Cahaya	25
2.4.2.3 Monokromator dan Sistem Optik.....	25
2.4.2.4 Detektor dan Sistem Elektronik	26
2.4.3 Optimasi Peralatan Spektroskopi Serapan Atom.....	26
2.4.4 Teknik Analisis menggunakan Kurva Standar.....	27
2.4.5 Gangguan dalam Spektroskopi Serapan Atom	28
2.4.6 Analisis Logam Timbal menggunakan Spektroskopi Serapan Atom	29
2.5 Metode Destruksi	31
2.5.1 Metode Destruksi Basah	32

2.5.2 Metode Destruksi Kering	34
2.6 Stabilitas	36
2.7 Analisis Data	36
2.7 Minuman dalam Perspektif Islam.....	37
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	40
3.2 Jenis Penelitian	40
3.3 Alat dan Bahan Penelitian	40
3.3.1 Alat	40
3.3.2 Bahan	40
3.4 Rancangan Penelitian	41
3.4 Tahapan Penelitian	43
3.6 Pelaksanaan Penelitian.....	43
3.6.1 Preparasi Sampel.....	43
3.6.2 Pengaturan Alat spektroskopi Serapan Atom	43
3.6.3 Pembuatan Larutan Standar Pb	44
3.6.4 Penentuan Stabilitas Sampel	44
3.6.5 Penentuan larutan pendestruksi terbaik pada sampel.....	45
3.6.6 Penentuan Kadar Logam Pb dalam sampel.....	46
3.6 Analisis Data	46
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Preparasi Sampel	48
4.2 Kurva Standar Pb	49
4.3 Penentuan Stabilitas	51
4.4 Penentuan Larutan Pendestruksi Terbaik pada Sampel	53
4.5 Penentuan Kadar Logam Timbal pada Minuman Ringan Berkarbonasi.....	57
4.6 Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam.....	58
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan.....	62
5.1 Saran.....	62
DAFTAR PUSTAKA.....	64

DAFTAR TABEL

2.1 Kondisi operasional spektroskopi serapan atom logam Pb.....	27
3.1 Rancangan Penelitian.....	42
3.2 Stabilitas Larutan Pendestruksi Terbaik.....	44
3.2 Penentuan Larutan Pendestruksi Terbaik.....	45



DAFTAR GAMBAR

2.1 Skema Umum Komponen Pada Alat SSA.....	23
2.2 Lampu Katoda Berongga	25
2.3 Photo Multiplier Tube.....	26
4.1 Grafik Kurva Standar Pb.....	50
4.3 Grafik Stabilitas Sampel Yang Terukur Oleh SSA.....	52
4.4 Grafik hasil pengukuran penentuan larutan pendestruksi terbaik oleh SSA....	56
4.5 Grafik kadar logam timbal sebenarnya menggunakan HNO_3 p./ H_2SO_4 p.a ...	58



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Tahapan Penelitian	67
Lampiran 2 Diagram Alir Penelitian.....	68
Lampiran 3 Perhitungan.....	70
Lampiran 4 Analisis Data.....	74
Lampiran 5 Dokumentasi.....	85



ABSTRAK

Amin, Muhammad. 2015. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Minuman Ringan Berkarbonasi Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom. Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I Diana Candra Dewi, M.Si, Pembimbing II A. Ghanaim Fasya, M. Si.

Kata Kunci : Timbal (Pb), Minuman ringan berkarbonasi, destruksi basah, larutan pendestruksi, spektroskopi serapan atom

Allah SWT berfirman bahwasanya kita harus makan/minum dengan makanan yang halal dan baik. Timbal (Pb) adalah salah satu bahan pencemar yang mungkin ditemukan dalam makanan/minuman. Timbal (Pb) berasal dari bahan baku, proses produksi, dan kemasan minuman ringan berkarbonasi. Penelitian ini bertujuan mengetahui larutan pendestruksi terbaik yang akan digunakan untuk menentukan kadar dari sampel minuman ringan berkarbonasi, waktu kestabilan sampel, serta kadar logam timbal dalam minuman ringan berkarbonasi dengan variasi jenis kemasan.

Sampel didestruksi menggunakan destruksi basah dengan variasi zat pendestruksi seperti HNO₃ p.a; HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a (3:1); dan HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a, H₂O₂ p.a (6:2:1) dengan volume 30 mL, setelah didapatkan zat pendestruksi terbaik maka dilakukan uji waktu penyimpanan sampel setelah didestruksi pada rentang waktu 0-30 hari dan penentuan kadar logam timbal dalam minuman ringan berkarbonasi dengan berbagai variasi kemasan (kemasan botol plastik, kemasan botol kaca, dan kemasan kaleng).

Berdasarkan hasil penelitian didapatkan zat pendestruksi terbaik yaitu campuran HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a (3:1) yang mampu memberikan nilai konsentrasi logam Pb terukur oleh SSA yang paling tinggi. Kemudian waktu penyimpanan sampel setelah didestruksi yang dapat digunakan adalah sampai hari ke 15, serta hasil analisis logam timbal (Pb) pada masing-masing sampel melebihi ambang batas yang telah ditetapkan oleh SNI tahun 2009 sebesar 0,2 mg/Kg.

ABSTRACT

Amin, Muhammad. 2015. Determination of Metalis Lead (pb) in Carbonated Soft Drink Using Wet Destruction By Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Thesis Department Of Chemistry, Faculty Of Science And Technology Islamic State University (Uin) Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisor I Diana Candra Dewi, M. Si, Advisor II A. Ghanaim Fasya, M. Si.

Keyword: Lead (Pb), carbonated soft drink, wet destruction, destruction liquid, atomic absorption spectroscopy

Allah SWT says, we must eat/drinks the lawful and good foods. Lead (Pb) are one of contaminant that found in foods/drinks. Lead (Pb) are derived from the production process of carbonated soft drink machine. This study aims to determine the best liquid destruction that will be used to determine the stability of the sample and metal lead content in carbonated soft drinks with various types packaging.

Sample was destruction by wet destruction with destruction solution variation such as HNO_3 p.a; HNO_3 p.a/ H_2SO_4 p.a (3:1); and HNO_3 p.a/ H_2SO_4 p.a/ H_2O_2 p.a (6:2:1) with volume 30 mL, after obtaining the best destruction solutions then tested the stability of the sample after destructed in the period 0-30 days and the determination of the metal lead content in carbonated soft drink with various types packaging (plastic bottles, glass bottles, and cans).

Based on the result, it is obtained the best destruction solution is a mixture of HNO_3 p.a/ H_2SO_4 p.a (3:1) that are able to provide concentration value of Pb measured by the highest AAS. The stability of Pb after destructed time which can be used to store samples after destruction is 15 days, and the results of the analysis of Pb in each samples more than have been determined by SNI (Indonesia National Standard) 2009 amounted to 0,2 mg/Kg.

مستخلص البحث

محمد امين، ٢٠١٥م، تعيين مقدار معدن الرصاص في الشراب الخفيفة الكربون باستخدام مخزب مبتل بطريقة مرسمة الطيف لإمتصاص الذرة، البحث الجامعي، قسم كيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية بمالانج. المشرفة الأولى: ديني جندري ديوي الماجستير، والمشراف الثاني: احمد غنائم فشي الماجستير.

الكلمات الأساسية: الرصاص، الشراب الخفيفة الكربون، مخزب مبتل، محلول، مرسمة الطيف لإمتصاص الذرة.

قل تعالى في قراءن يجيب علينا ان نكول حلالا طيبا. الرصاص هو احد من مواد التلووث الذي توجد في الطعام أو الشراب. وأما يحتصل الرصاص من المواد الخام، عملية الإنتاج ومن الشراب الخفيفة الكربون. وأما الأهداف المرجوة من هذا البحث هو لمعرفة محلولاً مخرباً جيداً عند استخدام لتعيين المقدار من عينة الشراب الخفيفة الكربون، الوقت في استدامة العينات والمقدار معدن الرصاص من الشراب الخفيفة الكربون.

وأما في تحزب العينات باستخدام مخزب مبتل بمادة مخزب متنوعة على سبيل المثال: حامض النيتريك، حامض النيتريك + حامض الكبريتيك (٣:١)، حامض النيتريك + حامض الكبريتيك + ماء الأوكسجين (٦:٢:١)، بحجم ثلاثون ميلي لترا. وبعد حصلت مادة مخزب جيد الخطوة الثانية هي اختبار في استدامة العينات في وقت بين صفر (٠) حتى ثلاثون (٣٠) يوماً وتعيين مقداراً معدن الرصاص في الشراب الخفيفة الكربون بحزمة متنوعة (حزمة القارورة، البلاستيك، الزجاج والصفيفة).

وانطلاقاً من نتائج البحث تحصل مادة مخزب جيد هي الإختلاط النيتريك + حامض الكبريتيك (٣:١)، يقدر لإعطاء قيم التركيز على معدن الذي يقيس على SSA الأعلى. ثم الوقت في استدامة معدن الرصاص تستخدم لحفظ العينات بعد تحزب وهو حتى يوماً خامسة عشر و نتائج من تحليل معدن الرصاص لكل العينة يزيد عن حدود معين من SNI في عام ٢٠٠٩ وهو ٠,٢ مغ/كغ.

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Makanan halal adalah makanan yang tidak mengandung unsur atau bahan yang terlarang/haram dan atau yang diolah menurut hukum-hukum agama Islam. Produsen yang mencantumkan tulisan halal pada label/penandaan makanan produknya bertanggung jawab terhadap halalnya makanan tersebut bagi pemeluk agama Islam. Saat ini kehalalan suatu produk harus melalui suatu prosedur pengujian yang dilakukan oleh tim akreditasi oleh LP POM MUI, badan POM dan Departemen Agama (Menteri Kesehatan dan Menteri Agama,1985).

Pada dasarnya semua apa yang terdapat di muka bumi ini diciptakan Allah SWT bagi manusia dan makhluk lainnya. Oleh sebab itu, apa yang dihasilkan di bumi baik berupa tanaman, hewan ternak dan berbagai macam makanan dan minuman boleh diambil manfaat dan faedahnya dengan demikian, segala macam makanan dan minuman itu hukumnya mubah dan halal kecuali apabila ada keterangan yang mengharamkannya. Sesuai dengan kaidah fiqih berikut:

الأَصْلُ فِي الْأَشْيَاءِ الْإِبَاحَةُ

Artinya: *“Hukum asal segala sesuatu adalah halal (sampai ada dalil yang mengharamkannya)”*

Allah SWT telah memberi petunjuk kepada kita agar makan dan minum dari sesuatu yang halal dan baik. Makanan yang baik tersebut berkaitan dengan kesehatan manusia, karena bisa saja makanan atau minuman tersebut halal tetapi belum tentu baik bagi kesehatan seseorang.

Allah SWT berfirman dalam QS. al Baqarah ayat 168:

يَأْتِيهَا النَّاسُ كُلُّوْا مِمَّا فِي الْأَرْضِ حَلَالًا طَيِّبًا وَلَا تَتَّبِعُوا خُطُوَاتِ الشَّيْطَانِ إِنَّهُ لَكُمْ عَدُوٌّ مُّبِينٌ ﴿١٦٨﴾

Artinya: “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” (QS. al Baqarah: 168).

Ayat di atas berisi seruan agar kita memilih makanan/minuman yang halal dan baik. Halal dan baik di sini bisa diartikan, halal dan baik pada proses pencariannya, halal dan baik pada bahan-bahan yang digunakan seperti penambahan zat aditif, halal dan baik pada adanya zat pencemar, halal dan baik pada proses produksi makanan/minuman tersebut seperti adanya cemaran logam berat misalnya timbal (Pb).

Minuman ringan merupakan salah satu produk olahan dalam bentuk cair yang mengandung bahan tambahan lainnya baik alami maupun sintetik yang dikemas dalam kemasan siap untuk dikonsumsi yaitu minuman yang tidak mengandung alkohol. Minuman ringan terdiri dari dua jenis, yaitu minuman ringan dengan karbonasi (*Carbonated Soft Drink*) dan minuman ringan tanpa karbonasi (*Non Carbonated Soft Drink*). Minuman ringan dengan karbonasi adalah minuman yang dibuat dengan mengabsorpsikan karbondioksida ke dalam minuman ringan tersebut (Sari, 2007).

Minuman ringan berkarbonasi bersifat asam, yang menyebabkan putusnya ikatan logam dengan senyawa organik dan menyebabkan lepasnya logam timbal

yang berada pada kemasan minuman ke dalam minuman tersebut. Sifat asam pada minuman ringan berkarbonasi tersebut berasal dari reaksi antara H_2O dan CO_2 yang menghasilkan senyawa asam karbonat dan memberikan pengaruh keberadaan logam timbal dalam minuman berkarbonasi yang lebih besar bila dibandingkan dengan minuman ringan tidak berkarbonasi. Kami berhipotesis bahwa kadar cemaran logam timbal dalam minuman ringan berkarbonasi lebih besar bila dibandingkan dengan minuman ringan tidak berkarbonasi.

Minuman berkarbonasi telah terstandarisasi oleh Badan Standar Nasional Indonesia (SNI) pada tahun 2009 dengan nomor SNI.7387:2009 yang menyebutkan bahwa batas maksimal kandungan beberapa logam berat sebagai berikut: timbal sebesar 0,2 mg/kg, timah sebesar 250 mg/kg, raksa 0,03 mg/kg, cadmium 0,2 mg/kg, dan cemaran arsen sebesar 0,1 mg/kg (SNI, 2009).

Timbal adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Pb dan nomor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa latin *Plumbum*. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia. Mempunyai nomor atom 82 dengan bobot 207,2. Logam timbal merupakan logam yang tahan korosi, mempunyai titik lebur rendah sekitar 327,5 °C, memiliki kerapatan yang besar, dan sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi, 2004).

Timbal yang tercemar ke dalam bahan makanan dan minuman dapat menimbulkan gejala-gejala seperti kram perut, kolik dan biasanya diawali dengan sembelit, mual, muntah-muntah. Sedangkan akibat yang lebih seperti sakit kepala, bingung atau pikiran kacau, sering pingsan dan koma. Pada anak-anak nafsu makan berkurang, sakit perut dan muntah, bergerak terasa kaku,

kelemahan, tidak ingin bermain, peka terhadap rangsangan, sulit berbicara dan gangguan pertumbuhan otak dan koma (Cahyadi, 2004).

Telah dilakukan penelitian terhadap kandungan logam tembaga, besi, timbal, dan zink pada sampel minuman berkarbonasi kemasan botol menggunakan Spektroskopi Serapan Atom. Penelitian ini menggunakan metode destruksi kering. Berdasarkan hasil penelitian diketahui konsentrasi maksimum timbal minuman ringan berkarbonasi adalah 2,78 ppm, konsentrasi maksimum tembaga adalah 0,77 ppm, konsentrasi maksimum untuk besi adalah 13,41 ppm, sedangkan konsentrasi maksimum untuk zink dan 2,06 ppm (Ofori, 2013). Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Ofori (2013), dapat disimpulkan bahwa kadar logam Pb dalam minuman ringan berkarbonasi tidak memenuhi standar nasional indonesia (SNI) yang menyatakan bahwa kandungan logam timbal maksimum adalah 0,2 ppm.

Kandungan timbal dalam minuman berkarbonasi dimungkinkan berasal dari proses pembuatan, bahan baku, serta bahan pengemas minuman tersebut. Pada saat mengolah bahan pembuat minuman berkarbonasi, timbal yang digunakan untuk menyambung mesin produksi, timbal kemungkinan terdistribusi ke seluruh bahan dan akan menjadi zat kontaminan dalam minuman berkarbonasi. Bahan baku minuman ringan berkarbonasi yaitu gula (sukrosa), berdasarkan penelitian dari Afifah (2012) dan SNI 3140.3:2010 menyatakan bahwa logam timbal juga terdapat dalam gula pasir sebesar 2 ppm. Sehingga logam timbal yang berada dalam gula pasir akan tersebar ke seluruh bahan yang ada. Untuk logam timbal yang berasal dari pengemas kaleng, dimungkinkan berasal dari patrian yang digunakan untuk menyambung antarbagian kaleng saat membuat *tin can*.

Kandungan logam timbal dalam kemasan botol plastik dan botol kaca dimungkinkan berasal dari proses pembuatannya yang dilakukan oleh mesin.

Spektroskopi merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Salah satu bagian dari spektroskopi adalah Spektroskopi Serapan Atom (SSA), merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog et. al., 2000).

Nuraini (2011), menyatakan bahwa larutan pendestruksi terbaik yang digunakan dalam penentuan kadar logam timbal pada sampel sosis kaleng adalah campuran antara HNO_3 p.a. + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1) v/v, karena pada campuran ini HNO_3 p.a bertindak sebagai oksidator, sedangkan H_2SO_4 p.a dan H_2O_2 p.a bertindak sebagai katalis. Bila dibandingkan dengan variasi lainnya (HNO_3 p.a, HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1)v/v, dan HNO_3 p.a. + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1) v/v, campuran diatas akan lebih efektif digunakan karena mempunyai komposisi larutan pendestruksi yang berbeda.

Destruksi basah memberikan beberapa keuntungan. Suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan. Pada umumnya karbon lebih cepat hancur daripada menggunakan cara pengabuan kering. Pengabuan basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud menghindari kehilangan mineral akibat penguapan (Apriyantono, 1989).

Menurut Sumardi (1981), metode destruksi basah lebih baik daripada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang

sangat tinggi. Hal ini merupakan salah satu faktor mengapa cara basah lebih sering digunakan oleh para peneliti. Di samping itu destruksi dengan cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama

Penelitian yang dilakukan oleh Erawati (2003) tentang Pengaruh Variasi Asam Pendestruksi terhadap Kadar Logam Berat (Timbal, Tembaga, dan Zink) dalam Gaplek dilakukan dengan destruksi basah menggunakan berbagai jenis asam, diantaranya HNO_3 p.a, H_2SO_4 p.a, dan aquaregia. Kadar logam Pb tertinggi berturut-turut berasal dari aquaregia, HNO_3 p.a, kemudian H_2SO_4 p.a. Kadar logam Cu tertinggi berturut-turut berasal dari HNO_3 p.a, H_2SO_4 p.a, dan aquaregia. Sedangkan untuk logam Zn kadar logam tertinggi berasal dari asam pendestruksi aquaregia, HNO_3 p.a, kemudian H_2SO_4 p.a. Dari ketiga asam pendestruksi tersebut terdapat perbedaan antara kadar logam Pb, Cu, dan Zn dalam gaplek yang didestruksi dengan H_2SO_4 p.a, HNO_3 p.a, dan aquaregia.

Telah dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh jenis asam pendestruksi HCl 37%, HNO_3 65% dan H_2SO_4 98% untuk mendestruksi ikan sehingga diperoleh hasil yang maksimum dalam analisis logam berat timbal dalam ikan. Destruksi sampel dilakukan dengan cara basah menggunakan alat destruksi Kjeldhal. Zat pendestruksi yang digunakan adalah HCl 37%, HNO_3 65% dan H_2SO_4 98%. Sampel padat didestruksi dengan waktu pendestruksian (1,5 jam), berat sampel (2 gram) dan volume asam (30mL) untuk masing-masing asam pendestruksi. Penentuan kadar Pb dan Cu dalam sampel dilakukan dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 283,3 nm untuk Pb dan 324,7 nm untuk Cu. Hasil yang diperoleh untuk analisis kadar logam Pb

dengan HCl 37%, HNO₃ 65% dan H₂SO₄ 98% berturut-turut sebagai berikut :
4,5.10⁻⁴ %, 1,03.10⁻³ %, 1.10⁻⁴ % (Dewi,2005).

Telah dilakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh variasi jenis asam pada destruksi basah yang merupakan penelitian eksperimental dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Variabel terikat pada penelitian adalah kadar besi (Fe) daun bayam cabut (*Amaranthus tricolor L*), sedangkan variabel bebas penelitian adalah variasi jenis asam (HNO₃ p.a, H₂O₂ p.a dan H₂SO₄ p.a). Variabel kontrol meliputi berat serbuk bayam dan konsentrasi larutan standar besi (Fe). Hasil pengukuran kadar besi pada destruksi basah masing-masing menggunakan HNO₃ p.a sebesar 2,003%; HNO₃ p.a - H₂O₂ p.a sebesar 2,685% dan HNO₃ p.a - H₂SO₄ p.a dan H₂O₂ p.a memberikan hasil yang tertinggi yaitu kadar rata-rata 2,729% (Yani, 2011).

Penelitian ini akan membandingkan jenis variasi larutan pendestruksi untuk menganalisis logam timbal (Pb) dalam minuman ringan berkarbonasi dengan variasi jenis kemasan (kemasan kaleng, botol kaca, dan botol plastik) dengan metode destruksi basah yang diukur menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

1.2 Rumusan Masalah

- 1) Manakah variasi larutan pendestruksi yang terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam minuman ringan berkarbonasi?
- 2) Berapa lamakah waktu kestabilan/waktu penyimpanan sampel minuman ringan berkarbonasi setelah didestruksi?

- 3) Apakah kadar logam timbal (Pb) dalam sampel minuman ringan berkarbonasi memenuhi standar SNI?

1.3 Tujuan Penelitian

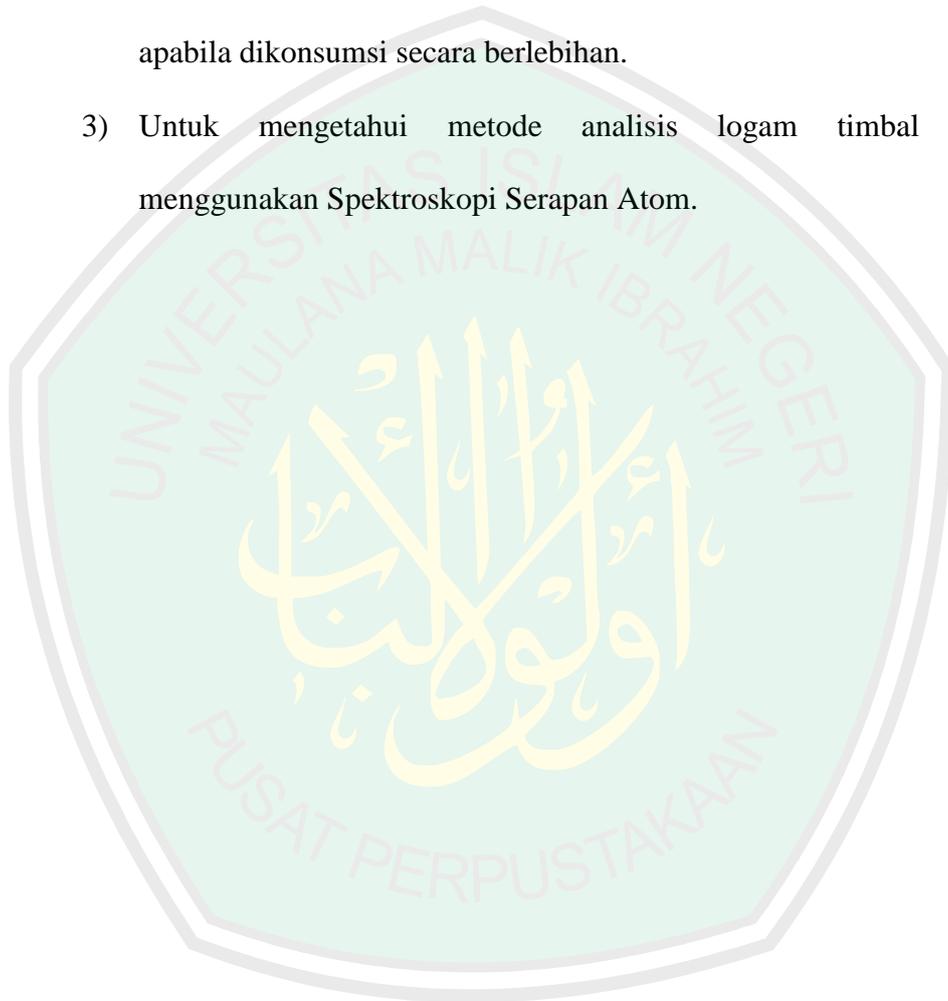
- 1) Untuk mengetahui larutan pendestruksi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam minuman ringan berkarbonasi.
- 2) Untuk mengetahui waktu kestabilan/waktu penyimpanan sampel minuman ringan berkarbonasi setelah didestruksi.
- 3) Untuk mengetahui kadar logam timbal dalam sampel minuman ringan berkarbonasi apakah memenuhi SNI atau tidak.

1.4 Batasan Masalah

- 1) Sampel yang digunakan dalam analisis logam timbal adalah minuman ringan berkarbonasi yang diproduksi di dalam negeri dengan variasi jenis kemasan (plastik, kaca, dan kaleng) dalam satu merk.
- 2) Metode destruksi yang digunakan dalam analisis logam timbal pada minuman ringan berkarbonasi adalah dengan metode destruksi basah dengan jenis larutan pendestruksi sebagai berikut: HNO_3 p.a, HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1), dan HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1).
- 3) Waktu penyimpanan/kestabilan yang digunakan adalah hari ke-0, ke-1, ke-3, ke-5, dan ke-7.

1.5 Manfaat Penelitian

- 1) Untuk memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan logam timbal pada minuman ringan berkarbonasi.
- 2) Untuk memberikan informasi kepada masyarakat tentang bahaya logam timbal yang terkandung dalam minuman ringan berkarbonasi apabila dikonsumsi secara berlebihan.
- 3) Untuk mengetahui metode analisis logam timbal dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Minuman Ringan

Minuman ringan merupakan salah satu produk olahan dalam bentuk cair yang mengandung bahan tambahan lainnya baik alami maupun sintetik yang dikemas dalam kemasan siap untuk dikonsumsi yaitu minuman yang tidak mengandung alkohol. Minuman ringan terdiri dari dua jenis, yaitu minuman ringan dengan karbonasi (*Carbonated Soft Drink*) dan minuman ringan tanpa karbonasi (*Non Carbonated Soft Drink*). Minuman ringan dengan karbonasi adalah minuman yang dibuat dengan mengabsorpsikan karbondioksida ke dalam minuman ringan tersebut (Sari, 2007).

2.1.1 Bahan Baku Pembuatan Minuman Ringan Berkarbonasi

2.1.1.1 Sukrosa

Sukrosa merupakan salah satu pemanis alami yang sering digunakan dalam aplikasi produk pangan seperti permen, kue, minuman racik, sirup dan lain-lain. Sukrosa mempunyai tingkat kemanisan yang tinggi dan dapat menyebabkan kerugian bagi tubuh jika dikonsumsi secara berlebihan, seperti kegemukan dan menyebabkan gigi berlubang.

Sukrosa adalah gula yang kita kenal sehari-hari, baik yang berasal dari tebu maupun dari bit. Selain pada tebu dan bit, sukrosa terdapat pula pada tumbuhan lain, misalnya dalam buah nanas dan dalam wortel. Dengan hidrolisis, sukrosa akan terpecah dan menghasilkan glukosa dan fruktosa (Poedjiadi, 2006).

Pada molekul sukrosa, terdapat ikatan antara molekul glukosa dan fruktosa, yaitu antara atom karbon nomor 1 pada glukosa dengan atom karbon nomor 2 pada fruktosa melalui atom oksigen. Kedua atom karbon tersebut adalah atom karbon yang mempunyai gugus -OH glikosidik, atau atom karbon yang merupakan gugus aldehida pada glukosa dan gugus keton pada fruktosa. Oleh karena itu molekul sukrosa tidak mempunyai gugus aldehida atau keton bebas, atau tidak mempunyai gugus -OH glikosidik. Dengan demikian, sukrosa tidak mempunyai sifat dapat mereduksi ion-ion Cu^{2+} atau Ag^+ dan juga tidak membentuk osazon (Poedjiadi, 2006).

Gula adalah suatu istilah umum yang sering diartikan bagi setiap karbohidrat yang digunakan sebagai pemanis, tetapi dalam industri pangan biasanya digunakan untuk menyatakan sukrosa, gula yang diperoleh dari tebu/bit. Meskipun rasa manis adalah air gula yang banyak dikenal, penggunaannya yang luas dalam industri pangan juga tergantung pada sifat-sifat yang lain. Industri minuman ringan memakai banyak gula. Fungsi dalam produk ini bukanlah sebagai pemanis saja, meskipun sifat ini sangat penting. Jadi gula bersifat menyempurnakan rasa asam dan cita rasa lainnya dan juga memberikan rasa berisi pada minuman karena memberikan kekentalan. Pada minuman berkarbonasi gula juga mempengaruhi pelepasan gas. Jadi sementara pada air soda, permukaan botol sering menyebabkan letupan karena lepasnya CO_2 dalam gelembung-gelembung besar, pelepasan gas pada minuman karbon yang mengandung gula lebih teratur dan gelembung-gelembungnya lebih kecil (Honig, 1963). Kadar logam timbal dalam gula pasir maksimum yang diperkenankan oleh pemerintah sebesar 2 ppm (SNI, 2010).

2.1.1.2 Air

Air merupakan suatu kebutuhan yang tidak dapat ditinggalkan untuk kebutuhan manusia, karena air diperlukan untuk bermacam-macam kegiatan seperti minum, pertanian, industri, perikanan dan rekreasi. Air meliputi 70% dari permukaan bumi, tetapi di banyak negara persediaan air terdapat dalam jumlah terbatas. Bukan hanya jumlahnya yang penting, tetapi juga mutu air diperlukan untuk penggunaan tertentu, seperti air yang cocok digunakan dalam industri atau untuk diminum. Oleh karena itu penanganan air tertentu diperlukan untuk persediaan air yang didapat dari sumber di bawah tanah atau sumber-sumber di permukaan (Buckle, et al, 1985).

Air adalah komponen yang sangat penting peranannya dalam industri pangan diantaranya sebagai bagian dari komposisi produksi. Keamanan *supply* air yang kontak dengan produk pangan dan kontak langsung dengan permukaan peralatan sangat mutlak dan penting untuk dijaga secara konsisten dan efisien, dijaga agar tidak ada hubungan silang antar air dan air tidak bersih (Winarno,2002).

Menurut Buckle et al, (1985) air untuk minuman berkarbonat sangat penting bila pengendalian mutunya benar-benar diawasi karena kesadahan karbonat yang tinggi (alkalinitas) dapat menyebabkan minuman asam menjadi tidak lezat dan rasanya menjadi tawar. Air yang digunakan dalam industri minuman ringan juga tidak boleh mengandung mikroba pembusuk yang dapat tumbuh selama penyimpanan serta menyebabkan pengendapan. Ganggang dan organisme lainnya dapat memproduksi bahan yang menyebabkan penyimpangan bau dan rasa. Biasanya dapat menyebabkan kekeruhan dan berlendir. Terjadinya

lendir biasanya disebabkan oleh mikroba berbentuk kapsul yang dapat berkembangbiak pada minuman tersebut (Winarno, 1986).

2.1.1.3 Karbondioksida

Sebagaimana gas CO, maka gas karbon dioksida juga mempunyai sifat tidak berwarna, tidak berasa, dan tidak merangsang. Gas CO₂ merupakan hasil pembakaran sempurna bahan bakar minyak bumi maupun batu bara. Dengan semakin banyaknya jumlah kendaraan bermotor dan semakin banyaknya jumlah pabrik, berarti meningkat pula jumlah atau kadar CO₂ di udara kita. Keberadaan CO₂ yang berlebihan di udara memang tidak berakibat langsung pada manusia, sebagaimana gas CO. Akan tetapi berlebihnya kandungan CO₂ menyebabkan sinar inframerah dari matahari diserap oleh bumi dan benda – benda di sekitarnya. Kelebihan sinar inframerah ini tidak dapat kembali ke atmosfer karena terhalang oleh lapisan CO₂ yang ada di atmosfer. Akibatnya suhu di bumi menjadi semakin panas. Hal ini menyebabkan suhu di bumi, baik siang maupun malam hari tidak menunjukkan perbedaan yang berarti atau bahkan dapat dikatakan sama. Akibat yang ditimbulkan oleh berlebihnya kadar CO₂ di udara ini dikenal sebagai efek rumah kaca atau *Green house effect*. Untuk mengurangi jumlah CO₂ di udara maka perlu dilakukan upaya – upaya, yaitu dengan penghijauan, menanam pohon, memperbanyak taman kota, serta pengelolaan hutan dengan baik (Anonimous, 2013).

2.1.1.4 Konsentrat

Konsentrat merupakan salah satu formula pokok dalam memproduksi CSD maupun NCSD yang berfungsi memberikan rasa (*taste*), bau (*odor*) dan warna yang khas. Bahan baku pembuatan konsentrat adalah daun coca dan buah cola.

Konsentrat berbentuk cairan pekat dan bubuk, dikemas dalam wadah yang tahan pecah/bocor, berbahan *plastic foodgrade*. Plastik ini direkomendasikan oleh WHO berbentuk jerigen berukuran 20 L. pembuatan konsentrat oleh *The Coca-Cola Company* (TCCC) yang berpusat di Atlanta. Pengiriman konsentrat dengan kendaraan khusus/tertutup. Kemasan yang lebih kuat di bawah dan yang kecil di atas dan sela-sela kemasan diganjal gabus/busa (Sari, 2007).

Konsentrat terdiri dari 2 bagian :

1. Bagian Pertama

Berupa bubuk ada di tempat plastik dan karton. Disimpan dalam ruang yang sejuk, kering dan untuk menghindari bahaya akibat tetesan air yang bisa merusak bahan itu dan mempengaruhi kualitas rasanya juga agar terhindar dari debu. Mengandung zat yang dapat menimbulkan aroma dan warna produk.

2. Bagian Kedua

Berupa cairan di dalam botol dan karton. Disimpan dalam *cool room* dengan suhu 4 – 10 °C. Analisa yang dilakukan pada konsentrat adalah :

- a. Keadaan kemasan.
- b. Bagian/part.
- c. *Experiate date*.
- d. Rasa, *flavor*

2.2 Logam Timbal (Pb)

Timbal adalah suatu unsur dalam table periodic yang memiliki lambang Pb dan nomor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa latin *plumbum*. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur

kimia. Mempunyai nomor atom 82 dengan bobot 207,2. Logam timbal merupakan logam yang tahan korosi, mempunyai titik lebur rendah sekitar 327,5 °C, memiliki kerapatan yang besar, dan sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi, 2004).

Logam timbal mudah melarut dalam asam nitrat yang kepekatannya 8M dan terbentuk juga nitrogen oksida (Vogel, 1990):

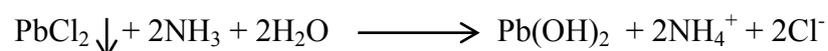


Adanya tambahan asam lain seperti H_2SO_4 dan H_2O_2 adalah sebagai katalis untuk mempercepat reaksi terputusnya timbal dari senyawa organik yang ada di dalam sampel. Adapun reaksi yang terjadi pada sampel ketika penambahan H_2SO_4 dan H_2O_2 (Nuraini, 2011):



Dengan asam nitrat, terbentuk lapisan pelindung timbal nitrat pada permukaan logam yang mencegah pelarutan lebih lanjut. Asam nitrat encer atau asam sulfat encer mempunyai pengaruh yang hanya sedikit, karena terbentuknya timbal klorida atau timbal sulfat yang tak terlarut pada permukaan logam itu.

Jika endapan dilarutkan dicuci dengan cara dekantasi, dan amoniak encer, maka tidak akan terjadi perubahan yang signifikan (perbedaan dari ion merkuri (II) atau ion perak), biasanya perubahan yang terjadi adalah reaksi pertukaran endapan dan terbentuk timbal hidroksida (Vogel, 1990).



Timbal adalah logam berat yang terdapat secara alami di dalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami. Timbal dalam

keseharian lebih dikenal sebagai timah hitam. Timbal terakumulasi di lingkungan, tidak dapat terurai secara biologis dan toksisitasnya tidak berubah sepanjang waktu. Timbal bersifat toksik jika terhirup atau tertelan oleh manusia dan di dalam tubuh akan beredar mengikuti aliran darah, diserap kembali di dalam ginjal dan otak, dan disimpan di dalam tulang dan gigi (Cahyadi, 2004).

Hasil penelitian *The National Food Processors Association* mengungkapkan, kehadiran partikel Pb merupakan salah satu sumber kontaminasi di dalam produk makanan/minuman. Gejala dan tanda-tanda secara klinis akibat terpapar Pb yang timbul akan berbeda, seperti tersebut di bawah ini (Cahyadi, 2004):

1. Terpapar secara akut

Timbal di udara yang dihirup manusia dapat menimbulkan gejala-gejala seperti kram perut, kolik dan biasanya diawali dengan sembelit, mual, muntah-muntah. Sedangkan akibat yang lebih seperti sakit kepala, bingung atau pikiran kacau, seing pingsan dan koma. Pada anak-anak nafsu makan berkurang, sakit perut dan muntah, bergerak terasa kaku, kelemahan, tidak ingin bermain, peka terhadap rangsangan, sulit berbicara dan gangguan pertumbuhan otak dan koma.

2. Terpapar secara kronis

Keracunan Pb secara kronis berjalan lambat. Kelelahan, kelesuan, dan iritabilitas merupakan tanda awal dari *intoksikasi* Pb secara kronis. Dan paparan dengan dosis rendah sudah menimbulkan efek yang merugikan pada perkembangan dan fungsi dari system syaraf pusat. Gejala lainnya adalah kehilangan libido, gangguan menstruasi, serta aborsi spontan pada wanita. Berbagai upaya dan tindakan penanganan perlu dilakukan dalam rangka

mencegah dan mengurangi pencemaran Pb, upaya tersebut diantaranya adalah dengan menghindari penggunaan peralatan-peralatan dapur atau tempat makanan/minuman yang diduga mengandung Pb misalnya keramik berglasur, wadah yang dipatri atau mengandung cat, dan sebagainya.

2.3 Kemasan Minuman Ringan Berkarbonasi

2.3.1 Kemasan Kaleng

Kemasan kaleng termasuk jenis kemasan yang banyak digunakan. Spesifikasi kaleng untuk mengemas pangan ditentukan oleh dua kebutuhan yaitu kebutuhan akan kekuatan yang dimiliki wadah dan daya simpan yang dimiliki oleh produk dalam kaleng. Kebutuhan terhadap daya simpan isi kaleng salah satunya ditentukan oleh sifat korosif produk. Untuk mengemas produk pangan, maka bagian dalam kaleng (sebagaimana halnya bagian luar kaleng) harus bersifat tahan korosi (karat). Pada bagian dalam kaleng, korosi dapat disebabkan oleh kontak langsung antara produk dan permukaan kaleng. Beberapa faktor yang menentukan terjadinya pembentukan karat pada bagian dalam kaleng antara lain sifat bahan pangan, terutama pH (baik dalam kadar asam yang tinggi maupun rendah) sehingga terjadi pembentukan karat seperti nitrat, beberapa bahan belerang, zat warna antosianin; banyaknya sisa oksigen dalam bahan pangan, khususnya pada ruang udara; suhu dan waktu penyimpanan; serta beberapa faktor yang berasal dari bahan kemas, seperti berat lapisan timah, macam dan komposisi lapisan baja dasar, efektifitas perlakuan pada permukaan lapisan, jenis lapisan dan lain sebagainya (Syamsir, 2008).

Dalam kemasan kaleng, makanan dapat dipanaskan hingga suhu yang sangat tinggi dan tekanan yang tinggi pula. Dengan demikian semua mikroba yang hidup bersama makanan tersebut akan mati. Karena kaleng juga ditutup dengan sangat rapat, maka mikroba baru tidak akan bisa masuk kembali ke dalamnya. Oleh karena itu makanan kaleng dapat disimpan hingga dua tahun dalam keadaan baik, tidak busuk, dan tidak beracun. Semua jenis makanan bisa dikemas di dalam kaleng. Mulai dari daging, ikan, sayuran, buah-buahan dan makanan olahan seperti sosis, cornet, bumbu dan lain lain (Winarno,1994).

Wadah kaleng pada umumnya digunakan untuk berbagai produk yang mengalami proses sterilisasi termal. Pada mulanya wadah kaleng dibuat dari plat timah (tin plate) yang terdiri dari lembaran dasar baja timah putih (Sn) panas (hot dipping) atau dengan proses elektrolisa. Kemudian berkembang berbagai jenis yang berbeda dengan plat timah standar, seperti misalnya kaleng baja bebas timah. Bentuk dari kemasan kaleng itu sendiri dibedakan menjadi dua jenis yaitu kaleng *two piece cans* dan kaleng *three piece*. *Three piece cans* adalah kaleng yang terdiri dari tiga sambungan yaitu dibagian badan kaleng, di bagian tutup atas kaleng dan sebagian tutup bawah kaleng. Sedangkan *two piece cans* adalah kaleng yang secara keseluruhan hanya memiliki satu sambungan, yaitu di bagian tutup atas kaleng. Kerusakan produk pangan kaleng terutama disebabkan karena interaksi antara logam dasar pembuat kaleng, yaitu Sn dan Fe yang dapat menyebabkan perubahan yang tidak diinginkan seperti perubahan warna, terjadi *off-flavour*, kehilangan nilai nutrisi, dan terbentuknya karat pada kaleng. Selain itu bagian sambungan kaleng yang disolder dapat menyebabkan terjadinya kontak antara Sn dan Pb dari solder dengan produk pangan yang memiliki kadar asam rendah

(pH>4,6 - 7) sehingga terjadi *sulfide stain* atau noda hitam pada produk kaleng. Produk pangan yang memiliki kadar asam semakin rendah, maka pemanasan yang diperlukan semakin ringan. Produk pangan yang diasamkan sampai pH 4.6 atau lebih rendah tidak memerlukan proses panas yang tinggi tetapi pH harus dikontrol dengan benar. Logam Sn dan Fe yang merupakan logam dasar pembuat kemasan kaleng termasuk kedalam golongan logam berat. Jika produk pangan kaleng yang terkontaminasi logam berat masuk kedalam tubuh manusia akan menimbulkan suatu keracunan. Hal ini disebabkan logam berat yang mempunyai kemampuan sebagai *co-faktor* enzim, akibatnya enzim tidak dapat berfungsi sebagaimana biasanya sehingga reaksi metabolisme terhambat. Untuk menghindari itu perlu dilakukan analisis logam berat Pb, Fe dan Sn misalnya dengan menggunakan instrumen seperti SSA (Spektroskopi Serapan Atom) (Tarigan, 2010).

2.3.2 Kemasan Botol Plastik

Botol plastik adalah senyawa makromolekul organik yang diperoleh dengan cara polimerisasi, polikondensasi, poliadisi, atau proses serupa lainnya dari monomer atau oligomer atau dengan perubahan kimiawi makromolekul alam yang dibentuk menjadi sebuah bahan kemasan berbentuk botol yang aman digunakan sebagai pengemas bahan pangan ataupun produk minuman. Keunggulannya dalam menggunakan botol plastik dari segi bentuknya yang fleksibel sehingga mudah mengikuti bentuk pangan yang dikemas, berbobot ringan, tidak mudah pecah, bersifat transparan/tembus pandang, mudah diberi, label dan dibuat dalam aneka warna, dapat diproduksi secara massal, harga relatif murah dan terdapat berbagai jenis pilihan bahan dasar plastik (Syarief, 1998).

Namun penggunaan botol plastik memiliki kekurangan yakni tidak tahan panas, berpotensi melepaskan migran berbahaya yang berasal dari sisa monomer dari polimer dan plastik merupakan bahan yang sulit terbiodegradasi sehingga dapat mencemari lingkungan (Syarief, 1998).

Secara garis besar terdapat dua macam botol plastik, yaitu resin termoplastik dan resin termoset. Resin termoplastik mempunyai sifat dapat diubah bentuknya jika dipanaskan, sedangkan resin termoset hanya dapat dibentuk satu kali saja.

2.3.3 Kemasan Botol Kaca

Gelas adalah campuran pasir dengan soda abu (serbuk mineral/pasir putih dengan titik leleh rendah), batu kapur dan pecahan atau limbah atau gelas yang didaur ulang. Kemasan botol menggunakan kaca memiliki keunggulan tersendiri untuk produk minuman, salah satunya dapat dipanaskan sehingga pada industri biasanya dilakukan sterilisasi dengan panas, transparan, dan dapat didaur ulang. Namun botol kaca juga memiliki kekurangan yaitu berat, mudah pecah, harganya mahal, non biodegradable, bentuk tetap (rigid), proses pembuatannya massal (padat/cair) (Syarief, 1998).

Menurut Syarief, dkk. (1998), kaca dalam bentuk botol dikenalkan oleh seorang dokter untuk sistem distribusi susu segar yang bersih dan aman pada tahun 1994. Mekanisasi pembuatan botol kaca besar-besaran pertama kali tahun 1992. Wadah-wadah berbahan kaca terus berkembang hingga saat ini, mulai dari bejana-bejana sederhana hingga berbagai bentuk yang sangat menarik. Sebagai bahan kemasan, botol kaca mempunyai kelebihan dan kelemahan.

Kelebihan kemasan berbahan dasar kaca antara lain :

- Kedap terhadap air, gas, bau-bauan, dan mikroorganisme,
- Inert dan tidak dapat bereaksi atau bermigrasi ke dalam bahan pangan,
- Kecepatan pengisian hampir sama dengan kemasan kaleng,
- Sesuai untuk produk yang mengalami pemanasan dan penutupan secara hermetis,
- Dapat didaur ulang,
- Dapat ditutup kembali setelah dibuka,
- Transparan sehingga isinya dapat diperlihatkan dan dapat dihias,
- Dapat dibentuk menjadi berbagai bentuk dan warna,
- Memberikan nilai tambah bagi produk,
- Rigid (kaku), kuat dan dapat ditumpuk tanpa mengalami kerusakan.

Adapun kelemahan kemasan botol kaca adalah berat sehingga biaya transportasi mahal, resistensi terhadap pecah dan mempunyai *thermal shock* yang rendah, dimensinya bervariasi, berpotensi menimbulkan bahaya yaitu dari pecahan kaca (Syarief, 1998).

2.4 Spektroskopi Serapan Atom

Spektrometri merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap oleh spesi atom atau molekul analit. Salah satu bagian dari spektrometri ialah Spektrometri Serapan Atom (SSA), merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog *et. al.*, 2000).

2.4.1 Prinsip Kerja Spektrofotometri Serapan Atom

Cara kerja Spektroskopi Serapan Atom ini adalah berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur menurut panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya (Darmono, 1995).

Jika radiasi elektromagnetik dikenakan suatu atom, maka akan terjadi eksitasi electron dari tingkat dasar ke tingkat tereksitasi. Maka setiap panjang gelombang memiliki energi yang spesifik untuk dapat tereksitasi ke tingkat yang lebih tinggi. Besarnya energi dari tiap panjang gelombang dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$E = h \cdot \frac{c}{\lambda} \dots \dots \dots (1)$$

Dimana: E = Energi (Joule)
 h = Tetapan Planck ($6,63 \cdot 10^{-34}$ J.s)
 C = Kecepatan Cahaya ($3 \cdot 10^8$ m/s), dan
 λ = Panjang Gelombang (nm)

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu sel yang mengandung atom-atom bebas yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom bebas logam yang berada dalam sel. Hubungan antara absorpsi dengan konsentrasi diturunkan dari:

1. Hukum Lambert : Bila suatu sumber sinar monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi.

2. Hukum Beer : Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut.

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan: \

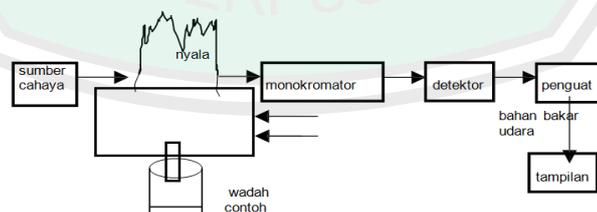
$$I_t = I_0 \cdot e^{-(\epsilon bc)}, \text{ atau} \dots\dots\dots (2)$$

$$A = - \text{Log } I_t/I_0 = \epsilon bc \dots\dots\dots (3)$$

Dimana : I_0 = Intensitas sumber sinar
 I_t = Intensitas sinar yang diteruskan
 ϵ = Absorptivitas molar
 b = Panjang medium
 c = Konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar
 A = Absorbans.

Dari persamaan di atas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day & Underwood, 1989).

Pada alat SSA terdapat dua bagian utama yaitu suatu sel atom yang menghasilkan atom-atom gas bebas dalam keadaan dasarnya dan suatu sistem optik untuk pengukuran sinyal. Suatu skema umum dari alat SSA adalah sebagai berikut:



Gambar 2.1 Skema umum komponen pada alat SSA (sumber: Anshori, 2005)

2.4.2 Instrumentasi Spektrofotometri Serapan Atom

Dalam metode SSA, sebagaimana dalam metode spektrometri atomik yang lain, contoh harus diubah ke dalam bentuk uap atom. Proses pengubahan ini

dikenal dengan istilah atomisasi, pada proses ini contoh diuapkan dan didekomposisi untuk membentuk atom dalam bentuk uap.

Secara umum pembentukan atom bebas dalam keadaan gas melalui tahapan-tahapan sebagai berikut :

- a. Pengisatan pelarut, pada tahap ini pelarut akan teruapkan dan meninggalkan residu padat.
- b. Penguapan zat padat, zat padat ini terdisosiasi menjadi atom-atom penyusunnya yang mula-mula akan berada dalam keadaan dasar.
- c. Beberapa atom akan mengalami eksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi dan akan mencapai kondisi dimana atom-atom tersebut mampu memancarkan energi.

2.4.2.1 Sel Atom

Terdapat dua tahap utama yang terjadi dalam sel atom pada alat SSA dengan sistem atomisasi nyala. Pertama, tahap nebulisasi untuk menghasilkan suatu bentuk aerosol yang halus dari larutan contoh. Kedua, disosiasi analit menjadi atom-atom bebas dalam keadaan gas (Anshori, 2005).

Berdasarkan sumber panas yang digunakan maka terdapat dua metode atomisasi yang dapat digunakan dalam spektrometri serapan atom :

- a. Atomisasi menggunakan nyala.
- b. Atomisasi tanpa nyala (*flameless atomization*).

Pada atomisasi menggunakan nyala, digunakan gas pembakar untuk memperoleh energi kalor sehingga didapatkan atom bebas dalam keadaan gas. Sedangkan pada atomisasi tanpa nyala digunakan energi listrik seperti pada atomisasi tungku grafit (*grafit furnace atomization*). Diperlukan nyala dengan

suhu tinggi yang akan menghasilkan atom bebas. Untuk alat SSA dengan sistem atomisasi nyala digunakan campuran gas asetilen-udara atau campuran asetilen- N_2O Pemilihan oksidan bergantung kepada suhu nyala dan komposisi yang diperlukan untuk pembentukan atom bebas (Anshori, 2005).

2.4.2.2 Sumber Cahaya

Sumber cahaya yang digunakan dalam alat SSA ialah lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Lampu ini terdiri dari suatu katoda dan anoda yang terletak dalam suatu silinder gelas berongga yang terbuat dari kwarsa. Katoda terbuat dari logam yang akan dianalisis. Silinder gelas berisi suatu gas lembam pada tekanan rendah. Ketika diberikan potensial listrik maka muatan positif ion gas akan menumbuk katoda sehingga terjadi pemancaran spektrum garis logam yang bersangkutan (Anshori, 2005).



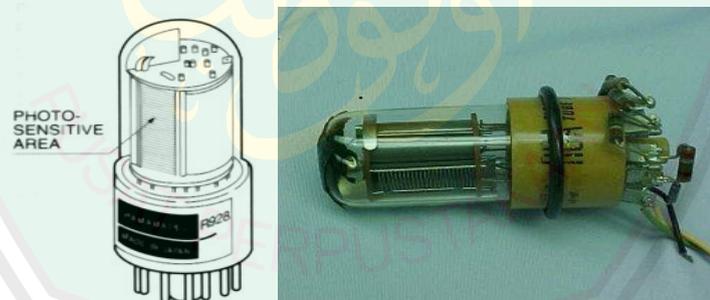
Gambar 2.2 : Lampu katoda berongga (sumber: http://www_azwestern_edu-chemnasa-SSAprimer-web_files-image002_jpg.htm)

2.4.2.3 Monokromator dan Sistem Optik

Berkas cahaya dari lampu katoda berongga akan dilewatkan melalui celah sempit dan difokuskan menggunakan cermin menuju monokromator. Monokromator dalam alat SSA akan memisahkan, mengisolasi dan mengontrol intensitas energi yang diteruskan ke detektor. Monokromator yang biasa digunakan ialah monokromator difraksi *grating* (Anshori, 2005).

2.4.2.4 Detektor dan Sistem Elektronik

Energi yang diteruskan dari sel atom harus diubah ke dalam bentuk sinyal listrik untuk kemudian diperkuat dan diukur oleh suatu sistem pemroses data. Proses pengubahan ini dalam alat SSA dilakukan oleh detektor. Detektor yang biasa digunakan ialah tabung pengganda foton (*photomultiplier tube*), terdiri dari katoda yang dilapisi senyawa yang bersifat peka cahaya dan suatu anoda yang mampu mengumpulkan elektron. Ketika foton menumbuk katoda maka elektron akan dipancarkan, dan bergerak menuju anoda. Antara katoda dan anoda terdapat dinoda-dinoda yang mampu menggandakan elektron. Sehingga intensitas elektron yang sampai menuju anoda besar dan akhirnya dapat dibaca sebagai sinyal listrik. Untuk menambah kinerja alat maka digunakan suatu mikroprosesor, baik pada instrumen utama maupun pada alat bantu lain seperti *autosampler* (Anshori, 2005).



Gambar 2.3 : *Photo multiplier tube*

2.4.3 Optimasi Peralatan Spektrofotometri Serapan Atom

Pada peralatan optimasi spektrofotometri serapan atom agar memberikan wacana dan sejauh mana sensitivitas dan batas deteksi alat terhadap sampel yang akan dianalisis, optimasi pada peralatan SSA meliputi:

- Lebar celah (slith width)
- Kemampuan arus lampu *Hallow Cathode*
- Kedudukan panjang gelombang (λ)
- Pemilihan nyala udara tekanan asetilen
- Kedudukan *burner* agar memberikan absorbansi maksimum
- Kedudukan atas kecepatan udara tekan
- Kedudukan atas kecepatan asetilen

Tabel 2.1. Kondisi operasional spektroskopi serapan atom logm Pb (Buku panduan SSA)

No	Panjang Gelombang (Nm)	Lebar Celah (Nm)	Range kerja optimum (ppm)
1	217.0	1.0	1-30
2	283.3	0.5	0.5-50
3	261.4	0.5	5-800
4	202.2	0.5	7-1000
5	253	0.5	50-8000

2.4.4. Teknik Analisis menggunakan Metode Kurva Standar

Dalam metode kurva standar ini, dibuat seri standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi dari larutan tersebut diukur dengan SSA. Selanjutnya membuat grafik antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) yang akan merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = $\epsilon \cdot B$ atau slope a.b, konsentrasi larutan sampel diukur dan diinterpolasi dengan kurvakalibrasi atau dimasukkan ke dalam persamaan regresi linier.

Metode ini sangat praktis karena hanya menggunakan satu larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya (C_{std}). Selanjutnya absorbansi larutan standar (A_{std}) dan absorbansi larutan sampel (A_{smp}) diukur dengan spektrofotometri.

Dari hukum Beer diperoleh (Anonim, 2003):

$$A_{\text{std}} = \epsilon \cdot B \cdot C_{\text{std}}$$

$$A_{\text{smp}} = \epsilon \cdot B \cdot C_{\text{smp}}$$

$$\epsilon \cdot B = A_{\text{std}} / C_{\text{std}}$$

$$\epsilon \cdot B = A_{\text{smp}} / C_{\text{smp}}$$

Sehingga:

$$A_{\text{std}} / C_{\text{std}} = A_{\text{smp}} / C_{\text{smp}}$$

$$C_{\text{smp}} = (A_{\text{smp}} / A_{\text{std}}) \cdot C_{\text{std}}$$

Dengan mengukur absorbansi larutan sampel dan standar, konsentrasi sampel dapat dihitung.

2.4.5. Gangguan dalam Spektrofotometri Serapan Atom

Factor-faktor yang mempengaruhi pancaran nyala suatu unsur tertentu dan menyebabkan gangguan pada penetapan konsentrasi unsur (Syahputra, 2004):

1. Gangguan akibat pembentukan senyawa refraktori

Gangguan ini dapat diakibatkan oleh reaksi antara analit dengan senyawa kimia, biasanya anion yang ada di dalam larutan sampel sehingga terbentuk senyawa yang tahan panas (*refractory*). Sebagai contoh fosfat akan bereaksi dengan kalsium dalam nyala menghasilkan pirofosfat ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$). Hal ini menyebabkan absorbsi ataupun emisi atom kalsium dalam nyala menjadi berkurang. Gangguan ini dapat diatasi dengan menambahkan stronsium klorida atau lanthanum nitrat ke dalam larutan. Kedua logam ini mudah bereaksi dengan fosfat dibanding dengan kalsium sehingga reaksi antara kalsium dengan fosfat dapat dicegah atau diminimalkan. Gangguan ini juga dapat dihindari dengan menambahkan EDTA berlebih. EDTA akan membentuk kompleks kelat dengan kalsium, sehingga pembentukan senyawa refraktori dengan fosfat dapat dihindarkan. Selanjutnya kompleks Ca-EDTA akan terdisosiasi dalam nyala menjadi atom netral Ca yang menyerap sinar (Syahputra, 2004).

2. Gangguan ionisasi

Gangguan ionisasi ini biasa terjadi pada unsur-unsur alkali tanah dan beberapa unsur yang lain. Karena unsur-unsur tersebut mudah terionisasi dalam nyala. Dalam analisis dengan SSA yang diukur adalah emisi dan serapan atom yang tak terionisasi. Oleh sebab itu, karena adanya atom-atom yang terionisasi dalam nyala akan mengakibatkan sinyal yang ditangkap detector menjadi berkurang. Namun demikian, gangguan ini bukan gangguan yang sifatnya serius, karena hanya sensitivitas dan linieritasnya saja yang terganggu. Gangguan ini dapat diatasi dengan menambahkan unsur-unsur yang mudah terionisasi ke dalam sampel sehingga akan menahan proses ionisasi dari unsur yang dianalisis (Syahputra, 2004).

3. Gangguan fisik alat

Gangguan fisik adalah semua parameter yang dapat mempengaruhi kecepatan sampel sampai ke nyala dan sempurnanya atomisasi. Parameter-parameter tersebut adalah kecepatan alir gas, berubahnya viskositas sampel akibat temperature nyala. Gangguan ini biasanya dikompensasi dengan lebih sering membuat kalibrasi atau standarisasi (Syahputra, 2004).

2.4.6 Analisis Logam Timbal (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom

Telah dilakukan penelitian terhadap kandungan logam Timah, Seng dan Timbal pada sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Penelitian ini menggunakan metode destruksi basah yang dilakukan 2 tahap, tahap pertama yaitu preparasi sampel dengan cara sampel di destruksi menggunakan larutan HNO_3 65% lalu dipanaskan untuk menyempurnakan proses oksidasi. Setelah larutan dingin, kemudian disaring

menggunakan kertas saring Whatman 42. Tahap kedua yaitu larutan sampel yang telah didestruksi dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom Perkin-Elmer 3110 untuk logam timah dan dengan Spektrofotometri Serapan Atom Perkin-Elmer 5110 PC untuk logam Seng dan Timbal. Hasil analisis menunjukkan bahwa konsentrasi logam Timah pada semua sampel tidak terdeteksi. Logam Seng untuk sampel KA 2,132 mg/Kg; KB 2,371 mg/Kg; KC 2,812 mg/Kg; SD 2,304 mg/Kg; SE 2,648 mg/Kg; SF 3,507 mg/Kg. Dan konsentrasi logam Timbal untuk sampel KA 0,174 mg/Kg; KB 2,156 mg/Kg; KC 0,174 mg/Kg; SD 0,398 mg/Kg; SE 0,174 mg/Kg; SF 0,174 mg/Kg (Aziz, 2007).

Telah dilakukan penelitian terhadap kandungan logam tembaga, besi, timbal, dan zink pada sampel minuman berkarbonasi kemasan botol dan jus buah kemasan botol menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Penelitian ini menggunakan metode destruksi kering. Berdasarkan hasil penelitian diketahui konsentrasi maksimum timbal pada jus buah dan *soft drink* adalah 1,75 mg/L dan 2,78 mg/L, konsentrasi maksimum tembaga dalam jus buah dan minuman berkarbonasi adalah 1,61 mg/L dan 0,77 mg/L, konsentrasi maksimum untuk besi pada jus buah dan minuman berkarbonasi adalah 10,24 mg/L dan 13,41 mg/L, sedangkan konsentrasi maksimum untuk zink pada jus buah dan minuman berkarbonasi adalah 6,03 mg/L dan 2,06 mg/L (Ofori, 2013).

Penelitian yang dilakukan oleh Erawati (2003) tentang Pengaruh Variasi Asam Pendestruksi terhadap Kadar Logam Berat (Timbal, Tembaga, dan Zink) dalam Gapek. Preparasi analisis dilakukan dengan destruksi basah menggunakan berbagai jenis asam, diantaranya HNO₃ p.a, HCl p.a, dan aquaregia. Kadar logam Pb tertinggi berturut-turut berasal dari aquaregia, HNO₃ p.a, barulah H₂SO₄

p.a. Kadar logam Cu tertinggi berturut-turut berasal dari HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a, barulah aquaregia. Sedangkan untuk logam Zn kadar logam tertinggi berasal dari asam pendestruksi aquaregia, HNO₃ p.a, barulah H₂SO₄ p.a. Dari ketiga asam pendestruksi tersebut terdapat perbedaan antara kadar logam Pb, Cu, dan Zn dalam gaplek yang didestruksi dengan H₂SO₄ p.a, HNO₃ p.a, dan aquaregia.

Dewi (2005) telah melakukan penelitian untuk mengetahui pengaruh jenis asam pendestruksi HCl p.a, HNO₃ p.a dan H₂SO₄ p.a untuk mendestruksi ikan sehingga diperoleh hasil yang maksimum dalam analisis logam berat timbal dan tembaga dalam ikan. Destruksi sampel dilakukan dengan cara basah menggunakan alat destruksi Kjeldhal. Zat pendestruksi yang digunakan adalah HCl p.a, HNO₃ p.a dan H₂SO₄ p.a. Sampel padat didestruksi dengan waktu pendestruksian 1,5 jam, berat sampel 2 gram dan volume asam 30mL untuk masing-masing asam pendestruksi. Penentuan kadar Pb dan Cu dalam sampel dilakukan dengan alat Spektroskopi Serapan Atom pada panjang gelombang 283,3 nm untuk Pb dan 324,7 nm untuk Cu. Hasil yang diperoleh untuk analisis kadar logam Pb dan Cu dengan HCl p.a, HNO₃ p.a dan H₂SO₄ p.a berturut-turut sebagai berikut : $4,5 \cdot 10^{-4}$ %, $1,03 \cdot 10^{-3}$ %, $1 \cdot 10^{-4}$ % dan $8,52 \cdot 10^{-3}$ %, $3,33 \cdot 10^{-4}$ %, $6,7 \cdot 10^{-5}$ %. Dari hasil penelitian diperoleh bahwa asam yang optimum untuk analisis Pb adalah HNO₃ p.a, sedangkan untuk Cu adalah HCl p.a.

2.5 Metode Destruksi

Untuk menentukan kandungan mineral bahan makanan, bahan dihancurkan atau di destruksi dulu. Cara yang biasa dilakukan yaitu pengeringan

(*dry ashing*) dan pengabuan basah (*wet digestion*). Pemilihan tersebut tergantung pada pemilihan zat organik dalam bahan, mineral mineral yang akan dianalisis serta sensitivitas yang digunakan (Apriyantono, 1989).

Penentuan kandungan mineral dalam bahan makanan dapat dilakukan dengan metode pengabuan (destruksi) yaitu pengabuan kering (*dry ashing*), pengabuan basah (*wet digestion*), dan homogenate asam. Pemilihan cara tersebut tergantung pada sifat zat organik dan anorganik yang ada dalam bahan mineral yang akan dianalisis (Muchtadi, 1989). Metode pengabuan basah terbagi menjadi dua, yaitu pengabuan basah menggunakan asam dan menggunakan microwave. Keduanya digunakan untuk penentuan unsur-unsur mineral di dalam bahan makanan merupakan metode yang paling baik. Prinsip pengabuan basah adalah penggunaan HNO_3 pekat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah agar kehilangan mineral akibat penguapan dapat dihindari. Pada tahap selanjutnya proses berlangsung sangat cepat akibat pengaruh H_2SO_4 atau H_2O_2 (Muchtadi, 1989).

2.5.1. Metode Destruksi Basah

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida. Kesemua pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa-

senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi merupakan senyawa garam yang stabil dan disimpan selama beberapa hari. Pada umumnya pelaksanaan kerja destruksi basah dilakukan secara metode Kjeldhal. Dalam usaha pengembangan metode telah dilakukan modifikasi dari peralatan yang digunakan (Raimon, 1993).

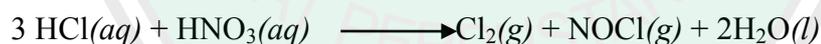
Destruksi basah memberikan beberapa keuntungan. Suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan. Pada umumnya karbon lebih cepat hancur daripada menggunakan cara pengabuan kering. Pengabuan basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud menghindari kehilangan mineral akibat penguapan (Apriyantono, 1989).

Menurut Sumardi (1981: 507), metode destruksi basah lebih baik daripada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Hal ini merupakan salah satu faktor mengapa cara basah lebih sering digunakan oleh para peneliti. Di samping itu destruksi dengan cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama. Sifat dan karakteristik asam pendestruksi yang sering digunakan antara lain:

- 1) Asam sulfat pekat sering ditambahkan ke dalam sampel untuk mempercepat terjadinya oksidasi. Asam sulfat pekat merupakan bahan pengoksidasi yang kuat. Meskipun demikian waktu yang diperlukan untuk mendestruksi masih cukup lama.
- 2) Campuran asam sulfat pekat dengan kalium sulfat pekat dapat dipergunakan untuk mempercepat dekomposisi sampel. Kalium sulfat pekat akan menaikkan

titik didih asam sulfat pekat sehingga dapat mempertinggi suhu destruksi sehingga proses destruksi lebih cepat.

- 3) Campuran asam sulfat pekat dan asam nitrat pekat banyak digunakan untuk mempercepat proses destruksi. Kedua asam ini merupakan oksidator yang kuat. Dengan penambahan oksidator ini akan menurunkan suhu destruksi sampel yaitu pada suhu 350 °C, dengan demikian komponen yang dapat menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik.
- 4) Asam perklorat pekat dapat digunakan untuk bahan yang sulit mengalami oksidasi, karena perklorat pekat merupakan oksidator yang sangat kuat. Kelemahan dari perklorat pekat adalah sifat mudah meledak (*explosive*) sehingga cukup berbahaya, dalam penggunaan harus sangat hati-hati.
- 5) Aqua regia yaitu campuran asam klorida pekat dan asam nitrat pekat dengan perbandingan volume 3:1 mampu melarutkan logam-logam mulia seperti emas dan platina yang tidak larut dalam HCl pekat dan HNO₃ pekat. Reaksi yang terjadi jika 3 volume HCl pekat dicampur dengan 1 volume HNO₃ pekat:



Gas klor (Cl₂) dan gas nitrosil klorida (NOCl) inilah yang mengubah logam menjadi senyawa logam klorida dan selanjutnya diubah menjadi kompleks anion yang stabil yang selanjutnya bereaksi lebih lanjut dengan Cl⁻.

2.5.2. Metode Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam muffle furnace dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Pada umumnya dalam

destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800°C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Untuk menentukan suhu pengabuan dengan system ini terlebih dahulu ditinjau jenis logam yang akan dianalisis. Bila oksida-oksida logam yang terbentuk bersifat kurang stabil, maka perlakuan ini tidak memberikan hasil yang baik. Untuk logam Fe, Cu, dan Zn oksidanya yang terbentuk adalah Fe_2O_3 , FeO , CuO , dan ZnO . Semua oksida logam ini cukup stabil pada suhu pengabuan yang digunakan. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam encer baik tunggal maupun campuran, setelah itu dianalisis menurut metode yang digunakan. Contoh yang telah didestruksi, baik destruksi basah maupun kering dianalisis kandungan logamnya. Metode yang digunakan untuk penentuan logam-logam tersebut yaitu metode Spektrofotometer Serapan Atom (Raimon, 1993). Metode ini digunakan secara luas untuk penentuan kadar unsur logam dalam jumlah kecil atau *trace level* (Kealey, D. dan Haines, P.J. 2002).

Destruksi kering dapat diterapkan pada hamper semua analisis kecuali merkuri dan arsen. Cara ini membutuhkan sedikit ketelitian mampu menganalisa bahan lebih banyak daripada basah (Apriyantono, 1989).

Menurut Raimon (1993) ada beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam hal menggunakan metode destruksi terhadap sampel, apakah dengan destruksi basah ataukah kering, antara lain:

- a. Sifat matriks dan konstituen yang terkandung di dalamnya.
- b. Jenis logam yang akan dianalisis.
- c. Metode yang akan digunakan untuk penentuan kadarnya

Selain hal-hal di atas, 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.

2.6 Stabilitas

Stabilitas dalam matrix dapat ditentukan dan bergantung pada kondisi penyimpanan, sifat kimia matrix dan wadah penyimpanan. Stabilitas analit dalam matrix dan wadah penyimpanan tertentu tidak dapat diekstrapolasi dengan matrix dan wadah penyimpanan yang lain. Stabilitas dapat dinyatakan dengan nilai standar deviasi yang kecil (Arie, 2008).

2.7 Analisis Data

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

$$y = bx + a$$

Dimana:

y = Absorbansi Sampel

b = Slope

x = Konsentrasi Sampel

a = Intersep

$$\text{Kadar logam mg/Kg} = \frac{C.V}{m}$$

Dimana C = konsentrasi logam terukur AAS ($\mu\text{g/mL}$)
 V = volume larutan akhir (mL)
 m = berat contoh (gram)

2.8 Minuman dalam Perspektif Islam

Minuman merupakan kebutuhan pokok manusia yang diperlukan untuk melangsungkan hidup manusia. Seiring berkembangnya teknologi dibidang industri, telah menghasilkan berbagai macam barang yang dapat dikonsumsi. Produksi minuman cepat saji dan tahan lama sudah dapat dihasilkan dengan mudah dengan menggunakan bahan dasar dan bahan aditif tanpa memperhatikan kualitas dan dampak kesehatan bagi manusia.

Pada dasarnya segala jenis makanan/minuman yang ada di dunia ini halal untuk dikonsumsi kecuali ada nash yang mengharamkannya. Hal ini sesuai dengan kaidah usul fiqh berikut:

الأَصْلُ فِي الْأَشْيَاءِ الْإِبَاحَةُ

Artinya: *“hukum asal segala sesuatu adalah halal (sampai ada dalil yang mengharamkannya).”*

Minuman yang enak dan lezat belum tentu baik untuk tubuh dan boleh jadi minuman tersebut berbahaya bagi kesehatan. Minuman yang tidak halal bisa mengganggu kesehatan rohani. Daging yang tumbuh dari makanan/minuman yang haram akan dibakar di hari kiamat dalam api neraka. Seperti dalam hadis yang artinya:

“Daging mana saja yang tumbuh dari sesuatu yang haram maka neraka lebih pantas untuknya”.

Makanan/minuman yang halal dan thoyyib sangat berguna bagi kita, baik untuk jasmani maupun rohani. Apabila minuman yang didapat dari hasil yang halal tentu sangat berguna bagi diri kita. Hasil dari minuman yang halal sangat membawa barokah bagi diri kita maupun keluarga kita, barokah bukan berarti jumlahnya banyak. Meskipun jumlahnya sedikit, tapi cukup untuk dikonsumsi sehari-hari. Allah SWT berfirman dalam QS. al Maidah ayat 88:

وَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا وَاتَّقُوا اللَّهَ الَّذِي أَنْتُمْ بِهِء مُؤْمِنُونَ ﴿٨٨﴾

Artinya: “dan makanlah makanan yang halal lagi baik dari apa yang Allah telah rezekikan kepadamu, dan bertakwalah kepada Allah yang kamu beriman kepada-Nya.” (QS. al Maidah:88).

Tafsir ayat di atas sangat berkaitan dengan QS. al Maidah ayat 87:

يَا أَيُّهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا لَا تُحَرِّمُوا طَيِّبَاتِ مَا أَحَلَّ اللَّهُ لَكُمْ وَلَا تَعْتَدُوا ۚ إِنَّ اللَّهَ لَا يُحِبُّ
 الْمُعْتَدِينَ ﴿٨٧﴾

Artinya; “Hai orang-orang yang beriman, janganlah kamu haramkan apa-apa yang baik yang telah Allah halalkan bagi kamu, dan janganlah kamu melampaui batas. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang melampaui batas.” (QS. al Maidah:87).

Makna yang dimaksud dapat diinterpretasikan sebagai berikut: janganlah kalian berlebih-lebihan dalam mempersempit diri kalian dengan mengharamkan hal-hal yang diperbolehkan bagi kalian. Demikianlah pendapat sebagian ulama salaf, dapat pula diinterpretasikan: sebagaimana kalian tidak boleh mengharamkan yang halal, maka jangan pula kalian melampaui batas dalam memakai dan mengkonsumsi yang halal, melainkan ambillah darinya sesuai dengan keperluan

dan kecukupan kalian. Seperti yang difirmankan Allah dalam ayat lain (Ad-Dimasyqi, 2001):

يَبْنِيْءَ اٰدَمَ خُذُوْا زِيْنَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَاشْرَبُوْا وَلَا تُسْرِفُوْا ۗ اِنَّهٗ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِيْنَ



Artinya: “Hai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah di Setiap (memasuki) mesjid[534], Makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan[535]. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan.” (QS. al-A’raaf:31)

[534] Maksudnya: tiap-tiap akan mengerjakan sembahyang atau thawaf keliling ka'bah atau ibadat-ibadat yang lain.[535] Maksudnya: janganlah melampaui batas yang dibutuhkan oleh tubuh dan jangan pula melampaui batas-batas makanan yang dihalalkan.

Di dalam ayat ini Allah menyeru kepada manusia untuk makan dan minum dari sesuatu yang halal dan baik. Mensyukuri nikmat Allah yang telah dilimpahkan kepada mereka dan mentaati rasul dalam apa yang telah diperintahkan dan dilarangnya, agar mereka tidak ditimpa musibah seperti kaum sebelum mereka. Kemudian Allah menjelaskan makanan dan minuman yang diharamkan bagi mereka. Penghalalan dan pengharaman berlaku hanya dengan nash bukan dengan hawa nafsu, karena yang demikian itu adalah mengadakan kedustaan terhadap Allah (Al-Maragi: 1992).

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan April-Juni 2014 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilaksanakan adalah *experimental laboratory* untuk mengetahui analisis timbal secara spektroskopi serapan atom dengan metode destruksi basah untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam minuman ringan berkarbonasi.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain neraca analitik terkalibrasi, Hot Plate, 1 set spektrofotometer serapan atom (lampu katoda Pb), pipet ukur 10 ml, pipet volum 10 ml, labu ukur 50 ml, dan 1000 ml, gelas ukur 50 ml, gelas beker 100 ml.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah sampel minuman berkarbonasi merk X sebanyak 3 jenis sampel yang berbeda dengan kode MC1 (kemasan kaleng), MC2

(kemasan botol kaca), dan MC3 (kemasan botol plastik), larutan HNO_3 p.a, H_2SO_4 p.a, larutan H_2O_2 p.a, serta larutan baku $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm merk E-Merck.

3.4 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan melalui pengujian *experimental laboratory*. Sampel yang digunakan adalah minuman ringan berkarbonasi. Kadar logam timbal (Pb) dalam minuman ringan berkarbonasi dianalisis dengan metode destruksi basah menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA) dan pendestruksian tersebut dilakukan dengan variasi larutan pendestruksi yang berbeda (HNO_3 p.a, HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1), dan HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1).

Rancangan percobaan yang digunakan adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL) yang terdiri dari dua faktor, yaitu jenis larutan pendestruksi dan jenis sampel:

Variabel bebas : Jenis larutan pendestruksi

Variabel terikat : Konsentrasi logam timbal (Pb)

1. Faktor pertama: Jenis larutan pendestruksi (P)

P1 = HNO_3 p.a

P2 = HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a

P3 = HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a

2. Faktor kedua: Jenis sampel (T)

MC = campuran minuman dengan variasi jenis kemasan

Penentuan larutan pendestruksi terbaik dilakukan dengan mencampur sampel dari tiga jenis variasi kemasan tersebut dan dibiarkan selama 24 jam dan dipipet 10 ml untuk kombinasi dengan jenis larutan pendestruksi.

Tabel 3.1 Rancangan penelitian

P	MC
P1	P1MC
P2	P2MC
P3	P3MC

Keterangan:

P1MC : Camuran sampel dengan variasi jenis kemasan pada pendestruksi HNO_3

P2MC : Camuran sampel dengan variasi jenis kemasan pada pendestruksi HNO_3 + H_2SO_4

P3MC : Camuran sampel dengan variasi jenis kemasan pada pendestruksi HNO_3 + H_2SO_4 + H_2O_2

Dari kombinasi tersebut dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali sehingga terdapat 9 kali kombinasi perlakuan untuk masing-masing sampel minuman ringan campuran.

Sampel minuman ringan yang telah didestruksi dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom untuk mengetahui konsentrasi terbesar dari hasil destruksi menggunakan variasi larutan pendestruksi. Hasil pendestruksi terbaik kemudian dianalisis kestabilannya dengan menyimpan sampel hasil destruksi dalam wadah botol kaca gelap di ruangan gelap tertutup. Analisis kestabilan ini dilakukan pada variasi hari ke-0, ke-1, ke-3, ke-5, dan ke-7.

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam masing-masing sampel dengan kode MC1 (kemasan kaleng), MC2 (kemasan botol kaca), dan MC3 (kemasan

botol plastik) dilakukan pendestruksian menggunakan larutan pendestruksi terbaik yang telah didapat sebelumnya dan dianalisis menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

3.5 Tahapan Penelitian

1. Pengambilan sampel
2. Pengaturan alat spektroskopi serapan atom
3. Pembuatan kurva standar Pb
4. Preparasi sampel menggunakan destruksi basah
5. Penentuan stabilitas logam Pb menggunakan kurva standar
6. Penentuan kadar logam Pb dalam sampel menggunakan kurva standar
7. Analisis data

3.6 Pelaksanaan Penelitian

3.6.1 Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini, digunakan minuman berkarbonasi kemasan kaleng, kami menggunakan 3 jenis yang berbeda dengan kode MC1, MC2, dan MC3, kemudian masing-masing didiamkan selama 24 jam dalam wadah terbuka untuk menguapkan CO₂, dipipet masing-masing 10 ml, kemudian di campur (Ofori, 2013).

3.6.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom

Pengaturan alat spektroskopi serapan atom varian spectra AA 240 meliputi panjang gelombang 235,5 nm, laju alir asetilen 4,0 L/menit, laju alir udara 6,0 L/menit, kuat arus HCl 15 μ A, lebar celah 0,2 nm, tinggi burner 4,0 mm

3.6.3 Pembuatan Larutan Standar Pb (II)

Larutan Standar Pb induk 1000 mg/L dibuat dari larutan dengan merek dagang E-Merch. Larutan Pb 10 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,1 mL larutan baku 1000 mg/L ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan sampai batas. Larutan standar Pb 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,15 mg/L; 0,2 mg/L dan 0,25 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,05 mL; 0,1 mL; 0,15 mL; 0,2 mL dan 0,25 mL larutan baku 10 mg/L ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan sampai batas. Kemudian larutan tersebut dianalisis dengan spektroskopi serapan atom bersamaan dengan sampel yang telah didestruksi untuk mengetahui konsentrasi logam Pb dalam sampel.

3.6.4 Penentuan Stabilitas Sampel

Sampel minuman ringan berkarbonasi yang telah didestruksi dengan larutan pendestruksi terbaik disimpan dalam wadah botol gelap gan tertutup. Kemudian diuji kestabilan untuk mengetahui masa penyimpanan larutan tersebut.

Stabilitas dalam matrix dapat ditentukan dan bergantung pada kondisi penyimpanan, sifat kimia matrix dan wadah penyimpanan. Stabilitas analit dalam matrix dan wadah penyimpanan tertentu tidak dapat diekstrapolasikan dengan matrix dan wadah penyimpanan yang lain. Stabilitas dapat dinyatakan dengan nilai standar deviasi yang kecil (Arie, 2008).

Tabel 3.2 Stabilitas larutan pendestruksi terbaik

NO.	ULANGAN	LAMA PENYIMPANAN/HARI KE-						
		0	1	2	5	8	15	30
1	1							
2	2							

3	3							
---	---	--	--	--	--	--	--	--

3.6.5 Penentuan Larutan Pendestruksi Terbaik pada Sampel

Sampel minuman berkarbonasi hasil preparasi dipipet 10 ml dan dimasukkan ke dalam gelas beker 100 ml dan ditimbang berat sampel. Kemudian ditambahkan 30 ml asam nitrat p.a ke dalam gelas beker 100ml dan dipanaskan di atas hot plate pada suhu 100 °C dan dilakukan di lemari asam sampai volume tinggal separuhnya. Apabila larutan belum bening, maka ditambahkan lagi 30 ml asam nitrat p.a ke dalam gelas beker 100 ml dan dipanaskan kembali. Setelah larutan bening, kemudian didinginkan pada suhu kamar dan diencerkan dengan asam nitrat 0,5M dalam labu takar 50 ml sampai tanda batas. Kemudian diukur kadar Pb dalam sampel menggunakan Spektroskopi Serapan Atom. Diulangi perlakuan dengan larutan pendestruksi yang berbeda dengan perbandingan sebagai berikut:

- a. HNO_3 p.a
- b. HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1)
- c. HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1)

Tabel 3.3 Penentuan larutan pendestruksi terbaik

Ulangan	HNO_3	$\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ (3:1)	$\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$ (6:2:1)
1			
2			
3			
Σ			

Perbedaan larutan pendestruksi dilakukan sebanyak tiga kali ulangan setiap jenis larutan pendestruksi. Nilai absorbansi yang didapat diinterpolarisasikan ke dalam kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi.

3.6.6 Penentuan Kadar Logam Pb Dalam Sampel

Sampel minuman berkarbonasi yang telah diberi kode MC1 dipindahkan ke dalam gelas beker dan didiamkan selama 24 jam, kemudian dipipet 5 ml. dan dimasukkan ke dalam gelas beker 100 ml dan ditimbang berat sampel. Kemudian ditambahkan 30 ml larutan pendestruksi terbaik, dan dipanaskan di atas hot plate pada suhu 100 °C sampai volume tinggal separuhnya serta dilakukan di lemari asam. Apabila larutan belum bening, maka ditambahkan lagi larutan pendestruksi terbaik 30 ml ke dalam gelas beker 100 ml. Kemudian dipanaskan kembali sampai larutan berwarna bening. Kemudian didinginkan pada suhu ruang. Dan dipindahkan larutan ke dalam labu takar 50 ml dan diencerkan dengan HNO₃ 0.5M sampai tanda batas. Kemudian diulangi perlakuan tersebut untuk kode sampel MC2, dan MC3. Setelah itu. Kita melakukan uji kualitatif dan kuantitatif dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

3.7 Analisis Data

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

$$y = bx + a$$

Dimana:

y = Absorbansi Sampel

b = Slope

x = Konsentrasi Sampel

a = Intersep

$$\text{Kadar logam mg/Kg} = \frac{C.V}{m}$$

Dimana C = konsentrasi logam terukur AAS ($\mu\text{g/mL}$)

V = volume larutan akhir (mL)

m = berat contoh (gram)



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang berjudul penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam minuman ringan berkarbonasi menggunakan destruksi basah secara spektroskopi serapan atom dilakukan dalam beberapa tahapan penelitian meliputi preparasi sampel, pengaturan alat spektroskopi serapan atom, pembuatan larutan standar Pb, preparasi sampel menggunakan destruksi basah, penentuan stabilitas, penentuan kadar logam Pb dalam sampel, dan analisis data.

4.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah minuman ringan berkarbonasi dengan variasi kemasan (kemasan botol plastik, kemasan botol kaca, dan kemasan kaleng) dengan merek “x”. Dimana sampel dipilih secara *random non probability*. Asropi (2009) dalam Nuraini (2011) menyatakan bahwa metode *random non probability* adalah suatu metode pemilihan sampel yang tidak didasarkan pada mekanisme yang acak dalam pemilihan sampel penelitian. Pada *non-probability sampling*, sampel dipilih karena pertimbangan-pertimbangan *non random*, seperti kesesuaian sampel dengan kriteria-kriteria yang dirumuskan peneliti sesuai dengan tujuan penelitian. Pada penelitian ini sampel diambil secara acak pada berbagai supermarket dan warung-warung makan yang ada di kota Malang dengan tujuan mengambil variasi kemasan yang berbeda-beda untuk dianalisis kadar timbal (Pb) dalam minuman ringan berkarbonasi tersebut.

Sampel yang berjumlah 3 buah tersebut terdiri dari minuman ringan berkarbonasi yang memiliki kemasan yang berbeda-beda. Semua minuman ringan tersebut didapatkan dari supermarket-supermarket dan warung-warung makan di kota Malang. Adapun rincian sampel dengan variasi kemasan adalah sebagai berikut:

- a) MC1 adalah kemasan kaleng
- b) MC2 adalah kemasan botol kaca
- c) MC3 adalah kemasan botol plastik

Dari ketiga sampel yang berbeda-beda tersebut akan dianalisis kadar timbal (Pb) yang terdapat dalam minuman ringan berkarbonasi. Dalam menganalisis kadar logam timbal (Pb) ini dilakukan serangkaian tahapan penelitian agar didapatkan data yang akurat sehingga dapat digunakan untuk mengetahui apakah variasi kemasan sampel dan variasi jenis larutan pendestruksi berpengaruh signifikan terhadap kadar logam timbal (Pb) yang terbaca oleh spektroskopi serapan atom dan kadar logam sebenarnya yang terkandung dalam minuman ringan berkarbonasi tersebut. Penjelasan mengenai pengaruh variasi kemasan dan variasi jenis larutan pendestruksi terhadap kadar logam timbal (Pb) tersaji setelah tahapan penelitian selesai dilakukan.

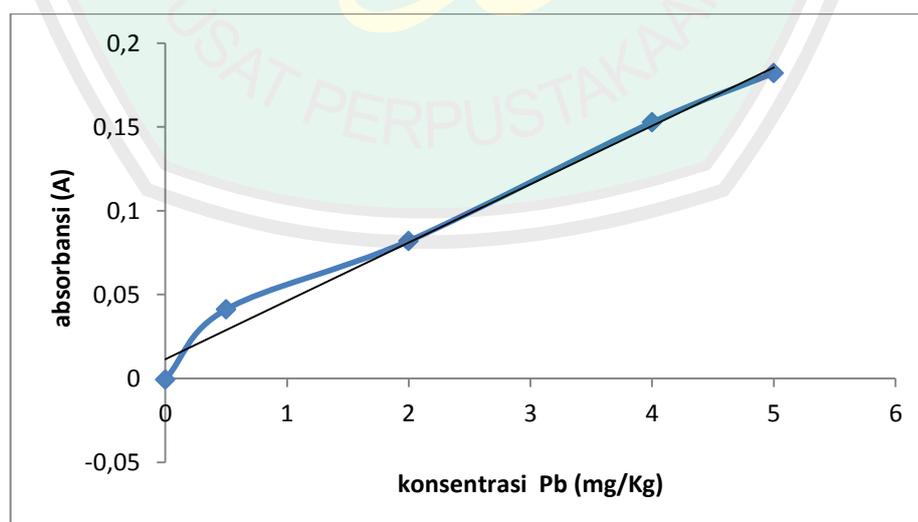
4.2 Kurva Standar Pb

Kurva standar dibuat berdasarkan hukum lambert-beer, yaitu $A=abc$. Absorbansi (A) sebagai absis. Oleh karena itu, konstanta yang harga perkaliannya ditentukan oleh slope adalah nilai untuk a dan b. Jika bila dibuat kurva absorbansi dengan konsentrasi larutan standar, maka dapat diperoleh kurva garis lurus.

Berdasarkan perhitungan regresi linier yaitu $y=bx+a$, maka penarikan garis lurus dapat dilihat.

Hubungan linier antara x dan y dapat diketahui melalui harga koefisien korelasi (r). Pada umumnya $r=0,999$ berarti kurva linier memiliki slope positif (Khozanah, 2004).

Larutan standar Pb dibuat dari larutan stok $Pb(NO_3)_2$ 1000 ppm dimana larutan standar ini diencerkan menjadi 10 ppm kemudian diencerkan lagi menjadi 0,0 ppm, 0,50 ppm, 1,00 ppm, 2 ppm, 4 ppm, dan 5 ppm. Pengenceran dilakukan dengan HNO_3 0,5M karena matriks dalam larutan standar harus sama dengan matriks dalam sampel. Pengukuran absorbansi larutan standar menggunakan alat nyala spektroskopi serapan atom. Dimana absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum. Kurva kalibrasi larutan standar logam Pb dapat dilihat pada gambar 4.1.



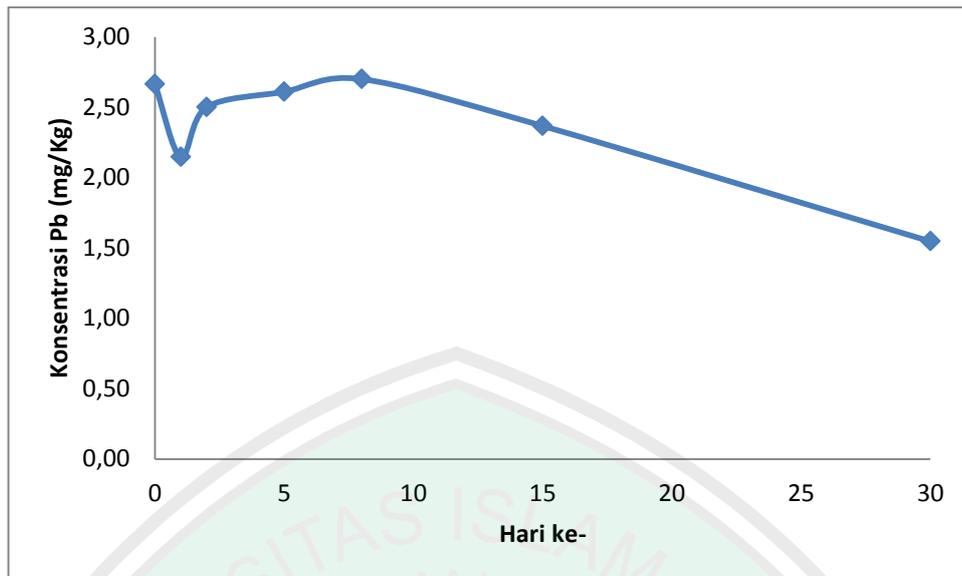
Gambar 4.1 Grafik kurva standar Pb (II)

Dari grafik di atas menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi maka nilai absorbansi akan semakin naik. Adapun persamaan dari kurva standar timbal adalah $y=0,0348x + 0,0115$ dengan nilai $r=0,9921$

4.3 Penentuan Stabilitas

Penentuan kestabilan dilihat pada perubahan konsentrasi terukur SSA setiap pengukuran data. Dilakukannya pengukuran kestabilan karena pada umumnya senyawa organik yang terdapat dalam minuman ringan berkarbonasi adalah sukrosa. Untuk memecah ikatan kovalen antara sukrosa dengan logam timbal (Pb) harus dilakukan dengan pendestruksian yang tepat dengan larutan pendestruksi yang mampu menjernihkan larutan sampel dan mempertahankan kestabilan logam timbal (Pb) karena tidak dipungkiri adanya sukrosa dan senyawa organik lain yang belum terdestruksi sempurna sehingga dalam hitungan hari mampu mengikat logam timbal yang ada dalam minuman ringan berkarbonasi tersebut. Oleh karena itu, dibutuhkan larutan pendestruksi terbaik untuk memutuskan ikatan antara logam timbal dengan senyawa-senyawa organik yang ada dalam minuman ringan berkarbonasi.

Penentuan kestabilan pada penelitian ini hanya dilakukan pada larutan pendestruksi terbaik saja dan dilakukan pengamatan pada hari ke-0, ke-1, ke-2, ke-5, ke-8, ke-15, dan hari ke-30. Adapun hasil nilai ketabilan tersaji pada gambar 4.3.



Gambar 4.3. Grafik stabilitas sampel yang terukur oleh SSA

Kestabilan larutan dapat dilihat pada perbedaan nilai rata-rata konsentrasi sampel pada setiap hari uji. Pada hari ke-0 nilai rata-rata konsentrasi adalah 2,66 ppm dan hari ke-1 menunjukkan nilai rata-rata konsentrasi 2,15 ppm, perbedaan yang signifikan ini disebabkan karena logam timbal yang ada pada sampel minuman ringan berkarbonasi sebagian sudah berikatan kembali dengan senyawa organik yang belum teruapkan/terdestruksi sempurna sehingga hanya sebagian logam timbal saja yang dapat dibaca oleh SSA yang mengakibatkan penurunan konsentrasi logam timbal.

Pada hari ke-2 sampai hari ke-8 kadar logam yang terbaca oleh SSA meningkat 2,50, 2,61, dan 2,70 ppm. Hal ini disebabkan karena kemampuan berikatan logam timbal dengan senyawa-senyawa organik menurun dan karena hilangnya sebagian volume akibat penguapan saat analisis maupun pengambilan sampel saat dianalisis menggunakan SSA sebelumnya. Oleh sebab itu, kadar logam yang terbaca SSA pada hari selanjutnya mengalami peningkatan.

Pada hari ke-15 dan hari ke-30 nilai konsentrasi logam timbal sebesar 2,37 ppm dan 1,55 ppm. Nilai tersebut mengalami penurunan bila dibandingkan dengan hari ke-8 yaitu dengan rata-rata 2,70 ppm hal tersebut dimungkinkan logam Pb yang ada pada sampel berikatan kembali dengan senyawa organik yang masih ada dalam sampel. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa batas waktu penyimpanan untuk analisis sampai dengan hari ke- 15.

4.4 Penentuan Larutan Pendestruksi Terbaik pada Sampel

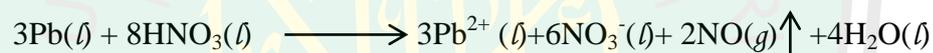
Preparasi sampel merupakan langkah yang penting dalam analisis unsur-unsur yang menggunakan pengukuran dengan spektroskopi serapan atom. Pemilihan metode preparasi sampel sangat penting karena berpengaruh terhadap hasil analisis yang didapatkan. Dalam menganalisis kadar suatu logam dalam suatu sampel, semua elemen atau komponen-komponen yang tidak kita inginkan dalam analisis ternyata dapat mengganggu hasil analisis seperti kenaikan ataupun penurunan konsentrasi analit. Untuk itu perlu dilakukan pengenceran larutan sampel untuk menurunkan konsentrasi unsur atau senyawa lain yang tidak kita inginkan dalam keadaan bertekanan yang tidak mengganggu proses analisis secara signifikan.

Pada tahap preparasi sampel, bahan-bahan organik yang ada dalam sampel harus didestruksi terlebih dahulu sebelum dianalisis. Metode destruksi tersebut terbagi menjadi dua macam, yaitu destruksi basah dan destruksi kering. Fungsi dari destruksi sendiri yaitu untuk memutus ikatan senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Dalam penelitian ini digunakan destruksi basah karena pada umumnya destruksi basah dapat dipakai untuk menentukan unsur-unsur dengan

konsentrasi rendah. Agar unsur-unsur tersebut tidak mengganggu dalam proses analisis, maka salah satu unsur harus dihilangkan, dengan adanya proses destruksi tersebut, diharapkan yang tertinggal hanya logam-logamnya saja. Dalam preparasi menggunakan destruksi basah ini, digunakan variasi larutan pendestruksi sebagai berikut:

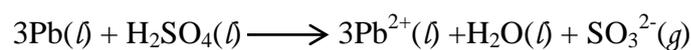
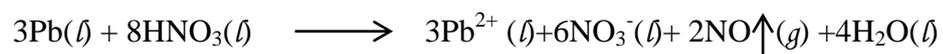
- a) HNO_3 p.a
- b) HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1)
- c) HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1)

Pada penelitian kali ini, zat pengoksidasi yang utama yaitu HNO_3 , hal ini dikarenakan sifat timbal yang dapat larut dalam HNO_3 . Adapun reaksi yang terjadi sebagai berikut:

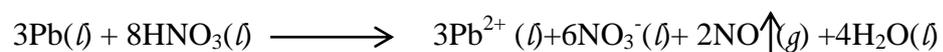


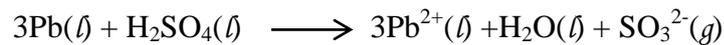
Pada saat HNO_3 ditambahkan dalam sampel, warna sampel menjadi pudar hal ini menunjukkan bahwa proses pendestruksian sudah berlangsung. Adanya tambahan asam lain seperti H_2SO_4 dan H_2O_2 adalah sebagai oksidator untuk mempercepat reaksi pemutusan ikatan antara logam timbal dengan senyawa organik yang ada di dalam sampel minuman ringan berkarbonasi. Adapun reaksi yang terjadi ketika penambahan H_2SO_4 dan H_2O_2 :

1. Reaksi untuk larutan pendestruksi HNO_3 dan H_2SO_4



2. Reaksi untuk larutan pendestruksi HNO_3 , H_2SO_4 , dan H_2O_2



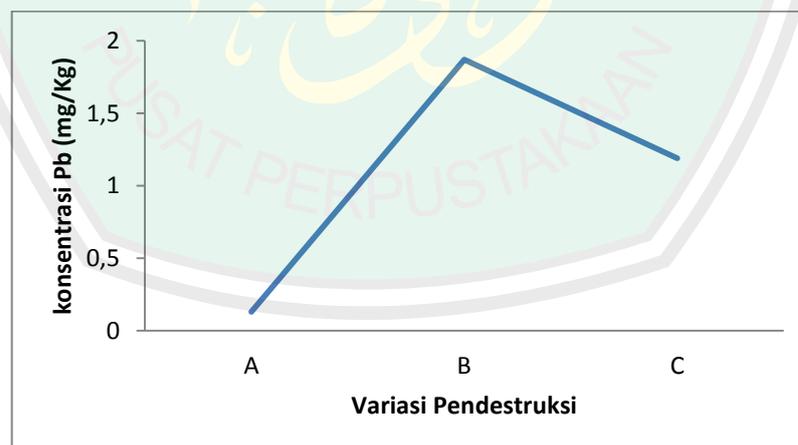


Pada proses berikutnya dilakukan pemanasan untuk menyempurnakan proses pendestruksian. Pada saat pemanasan, terjadi perubahan warna larutan yang semula warnanya pudar menjadi berwarna coklat dan terjadi perubahan fasa, yaitu dari fasa cair menjadi fasa gas. Warna coklat tersebut dimungkinkan berasal dari proses perombakan senyawa organik menjadi senyawa NO dan NO₂ sedangkan terjadinya uap adalah proses penguapan senyawa-senyawa organik yang menguap. Sehingga senyawa organik yang akan mengganggu proses analisis akan hilang. Proses selanjutnya yaitu sampel dianalisis menggunakan kurva standar yang dapat digunakan kembali untuk menganalisis sampel selanjutnya untuk semua variasi larutan pendestruksi, sehingga kita dapat membandingkan hasil pembacaan suatu kurva terhadap ketiga jenis variasi larutan pendestruksi tersebut ditinjau dari seberapa besar konsentrasi terbaca SSA logam Pb pada masing-masing variasi larutan pendestruksi tersebut. Setelah proses destruksi selesai dilakukan, kemudian sampel hasil destruksi diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5M karena kondisi yang ideal untuk suatu analisis menggunakan metode nyala SSA adalah larutan sampel yang dianalisis harus memenuhi ketentuan bahwa larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar (Rohman, 2007).

Larutan pendestruksi yang kedua yaitu HNO₃ dan H₂SO₄. Penambahan H₂SO₄ adalah sebagai katalis untuk mempercepat reaksi pemutusan ikatan logam timbal dengan senyawaan organik yang ada dalam minuman ringan berkarbonasi.

Selain menjadi katalis, H_2SO_4 juga berperan sebagai zat oksidator, sehingga variasi ini yang nantinya digunakan sebagai penentuan uji kadar logam Pb pada masing-masing sampel minuman ringan berkarbonasi, karena memberikan hasil analisis yang terbaik bila dibandingkan dengan kedua variasi jenis larutan pendestruksi lainnya.

Larutan pendestruksi yang ketiga yaitu HNO_3 , H_2SO_4 , dan H_2O_2 . Fungsi penambahan H_2SO_4 , dan H_2O_2 adalah sebagai zat oksidator. Tetapi pada penelitian ini penambahan H_2O_2 akan menurunkan kerja dari variasi larutan pendestruksi yang ke tiga ini karena H_2O_2 bertindak sebagai penghambat. Pada akhirnya, hasil destruksi yang terbaca SSA mengalami penurunan yang signifikan bila dibandingkan dengan variasi jenis larutan pendestruksi HNO_3 dan H_2SO_4 . Adapun hasil pengukuran menggunakan spektroskopi serapan atom tersaji pada gambar 4.4.



Gambar 4.4 Garfik hasil pengukuran penentuan larutan pendestruksi terbaik oleh SSA

Keterangan grafik: A= HNO_3 p.a
 B= HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a
 C= HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a

Berdasarkan uji statistik menggunakan uji *one way anova* dan uji lanjut menggunakan *LSD*, didapatkan hasil bahwa setiap jenis variasi larutan pendestruksi saling memberikan perbedaan yang nyata terhadap variasi jenis larutan pendestruksi lainnya.

4.5 Penentuan Kadar Logam Timbal pada Minuman Ringan Berkarbonasi

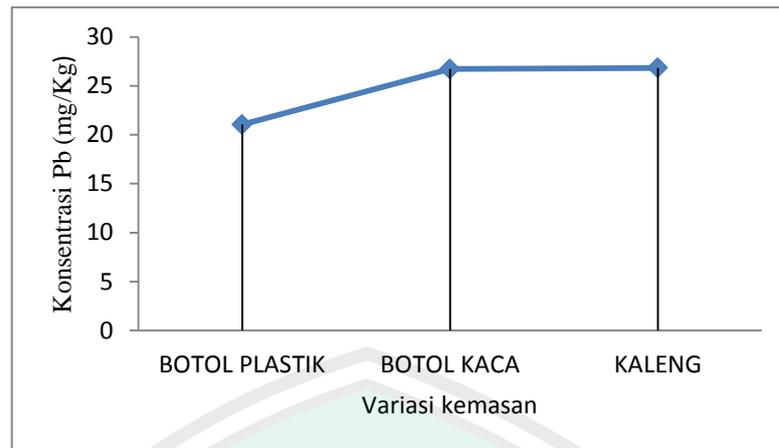
Penentuan kadar logam timbal dalam minuman ringan sangat penting dilakukan karena dapat digunakan sebagai acuan bahwa sampel yang dianalisis pada penelitian ini sesuai dengan Badan Standar Nasional Indonesia (SNI) pada tahun 2009 dengan nomor SNI.7387:2009 yang menyebutkan bahwa batas maksimal kandungan logam timbal sebesar 0,2 ppm atau melebihi batas yang telah dikeluarkan oleh Badan Standar Nasional Indonesia.

Pada penelitian ini kadar logam timbal (Pb) sebenarnya dihitung menggunakan rumus dari SNI 01-3751-2006 sebagai berikut:

$$\text{Kadar logam mg/Kg} = \frac{C.V}{m}$$

Dimana C = konsentrasi logam terukur AAS ($\mu\text{g/mL}$)
 V = volume larutan akhir (mL)
 m = berat contoh (gram)

Kadar logam timbal sebenarnya pada penelitian ini dihitung pada hari ke-0, hal ini dikarenakan pada hari tersebut kondisi sampel masih *fresh* sehingga data yang didapatkan maksimal. Larutan pendestruksi yang digunakan pada tahap ini adalah campuran HNO_3 p.a dan H_2SO_4 p.a dengan perbandingan 3:1. Adapun kadar logam sebenarnya tersaji pada Gambar 4.5.



Gambar 4.5 Grafik kadar logam timbal sebenarnya menggunakan HNO_3 p.a/ H_2SO_4 p.a (3:1)

Analisis logam timbal (Pb) dalam seluruh sampel menunjukkan hasil serapan yang melebihi ambang batas yang telah ditetapkan oleh Badan Standar Nasional Indonesia (SNI) pada tahun 2009 dengan nomor SNI.7387:2009 yang menyebutkan bahwa batas maksimal kandungan logam timbal sebesar 0,2 ppm. Berdasarkan uji statistik dapat diketahui bahwa konsentrasi logam timbal dalam kemasan botol plastik berbeda nyata terhadap kemasan botol kaca dan kemasan kaleng pada taraf 5% atau 0,05, sedangkan kemasan botol kaca tidak berbeda nyata dengan kemasan kaleng pada taraf 5% atau 0,05. Hal ini dimungkinkan berasal dari kemasan botol kaca yang mempunyai tutup logam, sehingga pada saat sampel dalam kemasan, logam timbal yang ada pada botol bermigrasi ke sampel minuman ringan berkarbonasi tersebut.

4.6 Kajian Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam.

Ajaran islam mencakup segala aspek kehidupan, tak terkecuali masalah minuman. Oleh karena itu, minuman selain sebagai pemenuhan kebutuhan fisik

dan pemenuhan kebutuhan rohani, iman dan ibadah juga dengan identitas diri, bahkan dengan perilaku (Suprayatmi, 2011).

Allah SWT berfirman dalam QS. al Anfaal ayat 69:

فَكُلُوا مِمَّا غَنَمْتُمْ حَلَالًا طَيِّبًا وَاتَّقُوا اللَّهَ إِنَّ اللَّهَ غَفُورٌ رَحِيمٌ ﴿٦٩﴾

Artinya: “Maka makanlah dari sebagian rampasan perang yang telah kamu ambil itu, sebagai makanan yang halal lagi baik, dan bertakwalah kepada Allah; Sesungguhnya Allah Maha Pengampun lagi Maha Penyayang.” (QS. al Anfaal: 69).

Ayat di atas menjelaskan bahwa makanan/minuman yang halal dan baik dapat menentukan perkembangan rohani dan pertumbuhan jasmani kearah yang positif dan diridhoi Allah SWT di dunia dan di akhirat, kalau tidak manusia akan berwatak setan di dunia ini dan diancam dengan siksa neraka pada hari kiamat kelak (Mustafa, 1992).

Allah SWT berfirman dalam QS. an Nahl ayat 114:

فَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا وَأَشْكُرُوا نِعْمَتَ اللَّهِ إِنَّ كُنْتُمْ إِيَّاهُ تَعْبُدُونَ ﴿١١٤﴾

﴿١١٤﴾

Artinya: “Maka makanlah yang halal lagi baik dari rezki yang telah diberikan Allah kepadamu; dan syukurilah nikmat Allah, jika kamu hanya kepada-Nya saja menyembah.” (QS. al Nahl: 114).

Ayat di atas menjelaskan bahwa Allah SWT memerintahkan kepada kita untuk memilih makanan/minuman yang halal dan baik. Halal berarti diperbolehkan oleh syari’at, sedangkan baik berarti perkara yang dinikmati oleh diri dan dicenderung hati, yang dapat juga diartikan makanan/minuman yang

bergizi, menyehatkan, dan tidak membahayakan bagi tubuh dan akal (Mustafa, 1992).

Pada penelitian ini, diperoleh kadar logam Pb yang melebihi batas yang telah ditentukan oleh SNI nomor 7387:2009 yang menyebutkan bahwa kandungan logam timbal (Pb) maksimum pada minuman ringan adalah 0,2 ppm. Minuman ringan berkarbonasi bila sering dikonsumsi terus-menerus dan berlebihan, maka logam timbal yang terkandung di dalamnya akan terakumulasi pada tubuh, sehingga dampaknya akan menyebabkan berbagai penyakit seperti kanker.

Allah tidak senang dengan hambanya yang berlebih-lebihan termasuk dalam hal minuman. Sebagaimana yang telah difirmankan Allah SWT dalam QS. al An'am ayat 141, sebagai berikut:

وَهُوَ الَّذِي أَنْشَأَ جَنَّاتٍ مَّعْرُوشَاتٍ وَغَيْرَ مَعْرُوشَاتٍ وَالنَّخْلَ وَالزَّرْعَ مُخْتَلِفًا أُكْلُهُ
وَالزَّيْتُونَ وَالرُّمَّانَ مُتَشَابِهًا وَغَيْرَ مُتَشَابِهٍ كُلُوا مِنْ ثَمَرِهِ إِذَا أَثْمَرَ وَءَاتُوا
حَقَّهُ يَوْمَ حَصَادِهِ وَلَا تُسْرِفُوا إِنَّهُ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِينَ ﴿١٤١﴾

Artinya: “dan Dialah yang menjadikan kebun-kebun yang berjunjung dan yang tidak berjunjung, pohon korma, tanam-tanaman yang bermacam-macam buahnya, zaitun dan delima yang serupa (bentuk dan warnanya) dan tidak sama (rasanya). makanlah dari buahnya (yang bermacam-macam itu) bila Dia berbuah, dan tunaikanlah haknya di hari memetik hasilnya (dengan disedekahkan kepada fakir miskin); dan janganlah kamu berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang yang berlebih-lebihan.” (QS. al An'am, 141).

Menurut Suprayatmi (2011), pada tubuh manusia, makanan/minuman mengalami proses pengolahan yang meliputi pencernaan, penyerapan, dan metabolisme. Makanan/minuman merupakan sumber energi yang akan

terdistribusi ke seluruh tubuh oleh darah manusia. Jadi, jika makanan/minuman yang dikonsumsi adalah makanan/minuman yang halal dan memiliki nilai gizi tinggi, maka diharapkan akan mendorong seseorang untuk lebih sehat dan lebih mudah menjalankan aktifitasnya.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah kami lakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Campuran larutan HNO_3 p.a/ H_2SO_4 p.a (3:1) merupakan larutan pendestruksi terbaik yaitu dengan konsentrasi logam timbal (Pb) tertinggi bila dibandingkan dengan kedua variasi larutan pendestruksi lainnya yaitu HNO_3 p.a dan campuran HNO_3 p.a/ H_2SO_4 p.a/ H_2O_2 pa (6:2:1).
2. Waktu kestabilan logam timbal yang dapat digunakan untuk menyimpan sampel setelah didestruksi adalah sampai hari ke 15.
3. Rata-rata kadar logam timbal pada minuman ringan berkarbonasi pada kemasan botol plastik yaitu 21,0482 mg/Kg, botol kaca sebesar 26,7206 mg/Kg, dan kemasan kaleng sebesar 26,8232 mg/Kg. Berdasarkan data hasil penelitian dapat diketahui bahwa sampel yang telah diteliti melebihi ambang batas yang telah ditentukan oleh Badan Standar Nasional Indonesia (SNI) pada tahun 2009 dengan nomor SNI.7387:2009 yang menyebutkan bahwa batas maksimal kandungan logam timbal sebesar 0,2 mg/Kg.

5.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya dapat kami sarankan sebagai berikut:

1. Variasi larutan pendestruksi dapat menggunakan campuran HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a dengan perbandingan komposisi yang lain.

2. metode destruksi yang dapat digunakan yaitu dengan destruksi tertutup/reflux ataupun destruksi microwave.



DAFTAR PUSTAKA

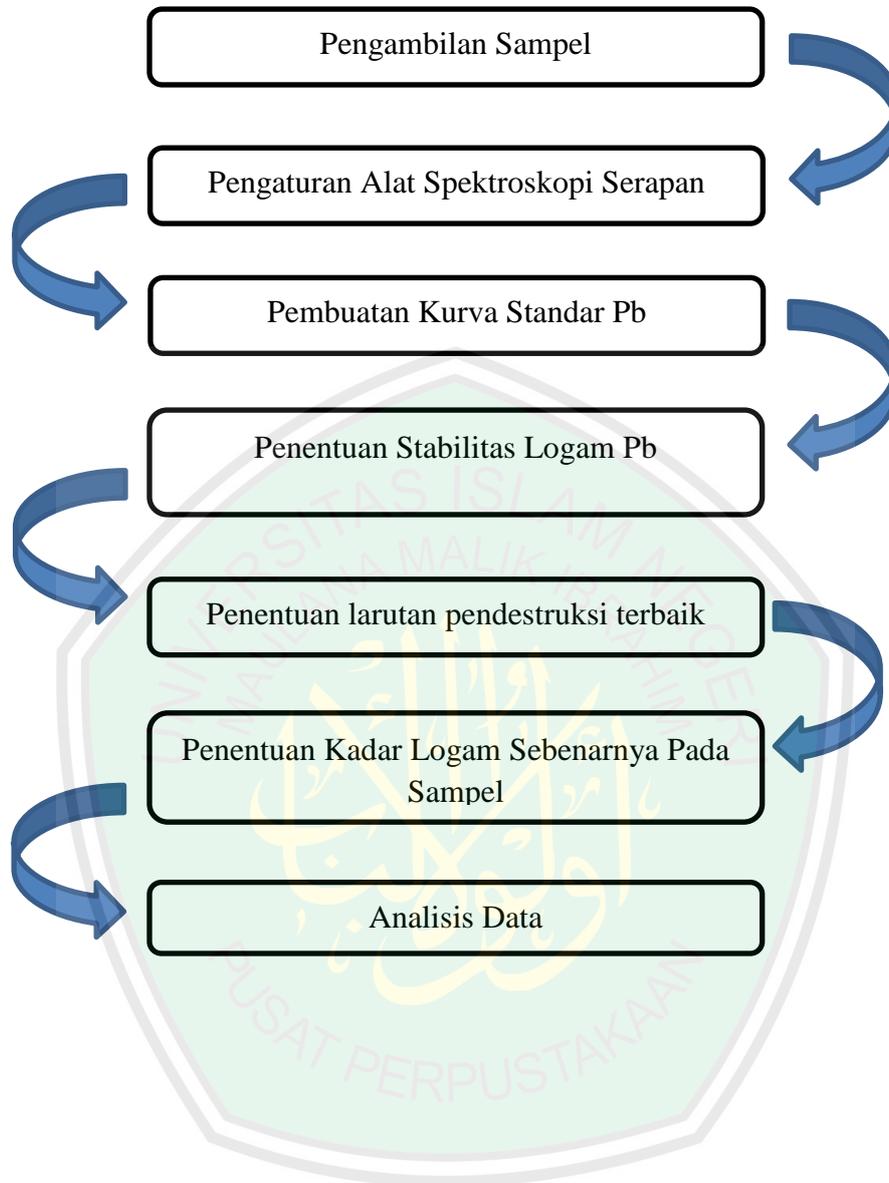
- Ad Dimasyqi, I, 2001. *Tafsir Ibnu Katsir Juz 7*, Bandung: Sinar baru.
- Afifah, N., 2012, Penentuan Logam Timbal (Pb) dalam Gula Pasir Menggunakan Destruksi Micriwave Dengan Variasi Suhu dan Waktu Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA), Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi, UIN Malang.
- Al Maragi, A. 1992, *Tafsir Al Maragi Jilid 14*, Semarang: Toha putra.
- Anonim, 2003, *Hand Out Pelatihan Instrumental Kimia Aas Dan X-RD*, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Gadjah Mada : Jogjakarta
- Anonim, 2013. "Info Produk". Website Coca-Cola. Diakses pada tanggal 4 Januari pukul 09.45 WIB.
- Anshori, J., 2005, *Materi Ajar Spektrometri Serapan Atom*, Bandung: Unpad-Press.
- Apriyantono, 1989, *Analisis Pangan*, Bandung: Departemen Pendidikan Dan Kebudayaan Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Pusat Antar Universitas : IPB
- Arie, BS, 2008, analisis instrumen I. www.openpdf.com (diakses 03 januari 2014).
- Asropi, 2009, *Metode Sampling*, <http://www.asropi.wordpress.com> (diakses tanggal 10 juli 2014).
- Aziz, V, 2007 *Analisis Kandungan Sn, Zn, Dan Pb Dalam Susu Kental Manis Kemasan Kaleng Secara Spektrofotometri Serapan Atom*, Skripsi Tidak diterbitkan. Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Ilmu Kimia Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Jogjakarta
- Buckle, K.A, et al., 1985, *Ilmu Pangan*, Jakarta: UI-Press.
- Cahyadi, W. 2004, Bahaya Pencemaran Timbal Pada Makanan dan Minuman, Bandung: Fakultas Tehnik Unpas Departemen Farmasi Pascasarjana ITB.
- Darmono, 1995, Logam Dalam System Biologi Makhluk Hidup, Jakarta: UI Press.
- Dewi, S. R., 2005, *Pengaruh Jenis Asam Pendestruksi Terhadap Kadar Logam Timbal (Pb) Dan Tembaga (Cu) dalam Man, Jogjakarta, UNY-Press*
- Erawati. (2003). *Pengaruh Variasi Asam Pendestruksi Terhadap Kadar Logam Berat (Timbal, Tembaga, dan Zink) dalam Gaplek. Skripsi. FMIPA UNY.*
- Honig, P. 1963. "Principles of sugar Technology Vols 1-3. Elsevier". New York

- Kealey, D. dan Haines, P.J. (2002). *Analytical Chemistry*. London: BIOS Scientific Publishers Ltd.
- Keputusan bersama Menteri Kesehatan dan Menteri Agama No. 427/MENKES/SKB/VIII/1985
- Khopkar, S.M. 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Jakarta: UI Press
- Khozanah, H., 2004, *Penentuan Kandungan Pb dan Cu pada Sayuran Sawi dengan AAS*. Skripsi jurusan kimia UII Jogjakarta
- Muchtadi, 1989, *Metode Destruksi Basah Dan Destruksi Kering*, Jakarta : Erlangga
- Mustafa, A, 1992, *Terjemah Tafsir al Maragi*, Semarang: CV. Toha putra.
- Narsito, 1992, *Peningkatan Deteksi Spektrometri Serapan Atom Untuk Antimon, Aersen, Selenium, Dan Timbal Setelah Dekomposisi Termal Senyawa Hibrida Volatile*. Laporan Penelitian Jurusan Kimia Universitas Gajah Mada.
- 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, Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi, UIN Malang.
- Ofori, H. dkk, 2013, *Heavy Metal Analysis of Fruit Juice and Soft Drink Bought From Retail Market in Accra, Ghana*.
- Poedjiadi, A, 2010, *Dasar-Dasar Biokimia*, Jakarta: UI Press
- Raimon. (1993). *Perbandingan Metoda Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Lokakarya Nasional. Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia*. Yogyakarta.
- Rohman, A. 2007. *Kiimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Sari, D.F, 2007, *Evaluasi Bahan Minuman Karbonasi*, Ahli Madya, Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Skoog. D. A., Donald M. West, F. James Holler, Stanley R. Crouch, 2000. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Hardcover: 992 pages, USA: Brooks Cole Publisher
- Slavin, 1978, *Atomic Absorbtion Spectroscopy*, New York: Willey
- Standar Nasional Indonesia No. 3547-1-2009 Tentang Cemaran Logam Berat dalam Makanan Kemasan.
- Standar Nasional Indonesia, 2010, *gula kristal-bagian 3: putih, nomor 3140-*

3:2010

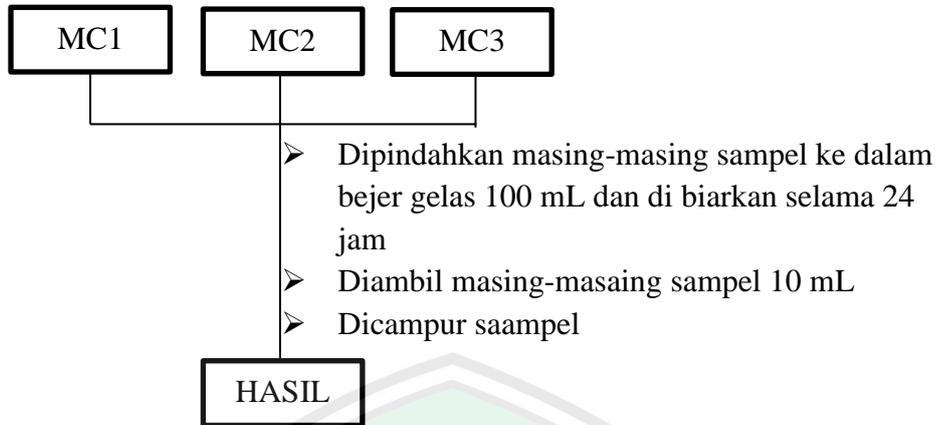
- Sumardi. (1981). *Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn Dalam Contoh-Contoh Biologis. Proseding Seminar Nasional Metode Analisis. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI.*
- Suprayatmi, M, 2001, *Makanan Dalam Pandangan Islam*, <http://www.muslimahbelinda.blogspot.com> (diakses tanggal 12 juli 2014).
- Syahputra, R, 2004, *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*, Laboratorium Instrumentasi Terpadu UII
- Syamsir, E.. 2008. *Temuan Terbaru*. Bandung: Jala Sutra.
- Syarief, R. dkk.1998. *Teknologi Pengemasan dan Pangan*. Bogor: Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi Bogor
- Tarigan, R. 2010. Keracunan Logam Berat Pada Makanan Kaleng. <Http://rosiditarigan.blogspot.com>
- Underwood, L., & Day, R. A., 2002, *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Ke Enam*, Jakarta: Erlangga.
- Vogel, 1990, *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatis Makro Dan Semimikro*, Jakarta: PT Kalman Media Pustaka.
- Winarno, F.G., 1994. *Bahan Tambahan Makanan*. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Winarno, F.G dan Surono., 2002, *GMP Cara Pengolahan Pangan yang Baik*, Bogor: M-Brio Press.
- Yani, E.E.U.K., 2011. *Pengaruh Variasi Jenis Asam pada Destruksi Basah dan Variasi Suhu pada Destruksi Kering dalam Penentuan Kadar Besi Daun Bayam (Amaranthus tricolor L) dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis*. Skripsi Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Malang.

Lampiran 1. Tahapan Penelitian

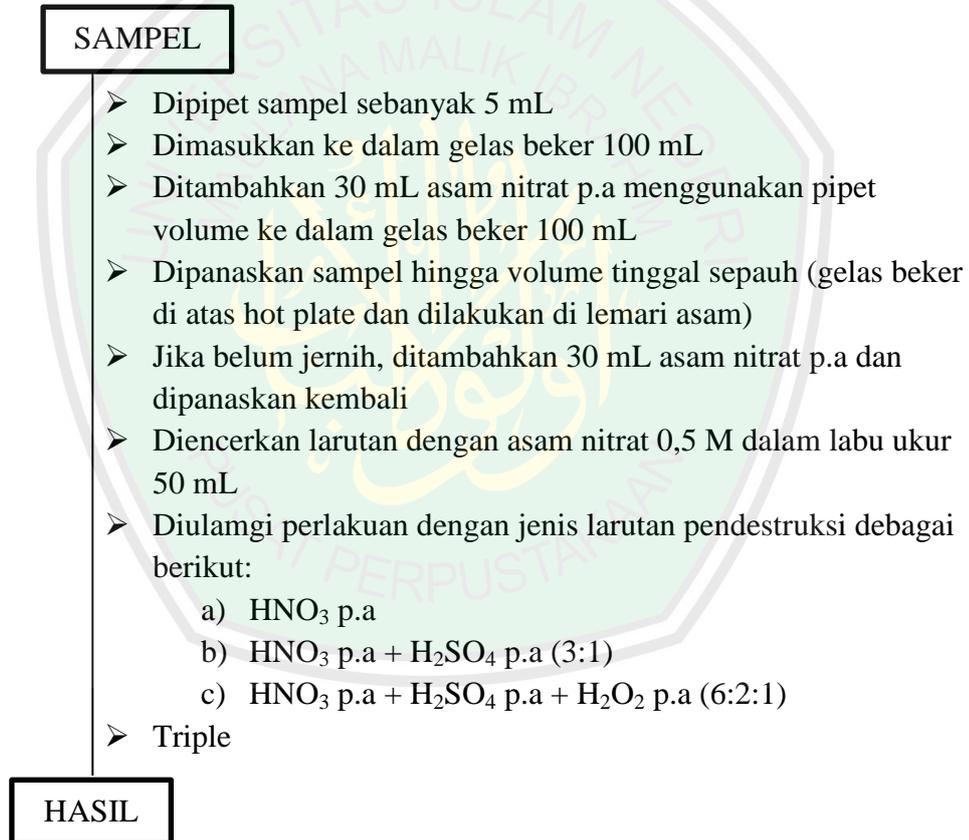


Lampiran 2. Diagram Alir Penelitian

1. Preparasi Sampel



2. Penentuan larutan pendestruksi terbaik



3. Penentuan kadar logam sebenarnya dalam sampel

SAMPEL

- Dipipet sampel sebanyak 5 mL
- Dimasukkan ke dalam gelas beker 100 mL
- Ditambahkan 30 mL larutan pendestruksi terbaik menggunakan pipet volume ke dalam gelas beker 100 mL
- Dipanaskan sampel hingga volume tinggal sepauh (gelas beker di atas hot plate dan dilakukan di lemari asam)
- Jika belum jernih, ditambahkan 30 mL larutan pendestruksi terbaik dan dipanaskan kembali
- Diencerkan larutan dengan asam nitrat 0,5 M dalam labu ukur 50 mL
- Triple

HASIL

Lampiran 3. Perhitungan

A Pembuatan larutan standar Pb

1. Pembuatan lar. 10 ppm sebanyak 10 ml dari lar. Induk 1000 ppm

$$\begin{aligned}V_1.M_1 &= V_2.M_2 \\1000 \text{ ppm. } V_1 &= 10 \text{ ml. } 10 \text{ ppm} \\V_1 &= (10 \text{ ml. } 10 \text{ ppm})/1000 \text{ ppm} \\V_1 &= 0,1 \text{ ml}\end{aligned}$$

2. Pembuatan lar. 0,05 ppm sebanyak 10 ml

$$\begin{aligned}V_1.M_1 &= V_2.M_2 \\10 \text{ ppm. } V_1 &= 10 \text{ ml. } 0,05 \text{ ppm} \\V_1 &= (10 \text{ ml. } 0,05 \text{ ppm})/10 \text{ ppm} \\V_1 &= 0,05 \text{ ml}\end{aligned}$$

3. Pembuatan lar. 0,1 ppm sebanyak 10 ml

$$\begin{aligned}V_1.M_1 &= V_2.M_2 \\10 \text{ ppm. } V_1 &= 10 \text{ ml. } 0,1 \text{ ppm} \\V_1 &= (10 \text{ ml. } 0,1 \text{ ppm})/10 \text{ ppm} \\V_1 &= 0,1 \text{ ml}\end{aligned}$$

4. Pembuatan lar. 0,15 ppm sebanyak 10 ml

$$\begin{aligned}V_1.M_1 &= V_2.M_2 \\10 \text{ ppm. } V_1 &= 10 \text{ ml. } 0,15 \text{ ppm} \\V_1 &= (10 \text{ ml. } 0,15 \text{ ppm})/10 \text{ ppm} \\V_1 &= 0,15 \text{ ml}\end{aligned}$$

5. Pembuatan lar. 0,2 ppm sebanyak 10 ml

$$\begin{aligned}V_1.M_1 &= V_2.M_2 \\10 \text{ ppm. } V_1 &= 10 \text{ ml. } 0,2 \text{ ppm} \\V_1 &= (10 \text{ ml. } 0,2 \text{ ppm})/10 \text{ ppm} \\V_1 &= 0,2 \text{ ml}\end{aligned}$$

6. Pembuatan lar. 0,25 ppm sebanyak 10 ml

$$\begin{aligned}V_1.M_1 &= V_2.M_2 \\10 \text{ ppm. } V_1 &= 10 \text{ ml. } 0,25 \text{ ppm} \\V_1 &= (10 \text{ ml. } 0,25 \text{ ppm})/10 \text{ ppm} \\V_1 &= 0,25 \text{ ml}\end{aligned}$$

7. Pengenceran larutan HNO₃ 65% menjadi HNO₃ 0,5M

$$\begin{aligned}M \text{ HNO}_3 \text{ 65\%} &= (\% \text{.Bj. } 10)/M_r \\&= (65 \% \cdot 1,41 \cdot 10)/(63 \text{ g/mol}) \\&= 14,5M\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}M_1 \cdot V_1 &= M_2 \cdot V_2 \\0,5 \text{ M. } 100 \text{ ml} &= 14,5 \text{ M. } V_2 \\V_2 &= 0,5 \text{ M. } 100 \text{ ml} / 14,5 \text{ M} \\&= 3,5 \text{ ml}\end{aligned}$$

B Perhitungan regresi linier

No	Konsentrasi (X)	Absorbansi (Y)	X ²	Y ²	XY
1	0	-0.0006	0	0.00000036	0
2	0.5	0.0412	0.25	0.00169744	0.0206
3	2	0.082	4	0.006724	0.164
4	4	0.1527	16	0.02331729	0.6108
5	5	0.1821	25	0.03316041	0.9105
∑	11.5	0.4574	45.25	0.0648995	1.7059

$$\begin{aligned}
 a &= \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{n(\sum X^2) - (\sum X)^2} \\
 &= \frac{5(1,7059) - (11,5)(0,4574)}{5(45,25) - (11,5)^2} \\
 &= \frac{8,5295 - 5,2601}{226,25 - 132,25} \\
 &= \frac{3,2694}{94} \\
 &= 0,0348
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 b &= \frac{(\sum Y)(\sum x^2) - (\sum X)(\sum XY)}{n(\sum X^2) - (\sum X)^2} \\
 &= \frac{(0,4574)(45,25) - (11,5)(1,7059)}{5(45,25) - (11,5)^2} \\
 &= \frac{(20,69735) - 19,61785}{226,25 - 132,25} \\
 &= \frac{1,0795}{94} \\
 &= 0,0115
 \end{aligned}$$

Jadi, diperoleh persamaan linier $y=0,0348x + 0,0115$

C Perhitungan penentuan kadar logam sebenarnya pada sampel

Penentuan kadar logam timbal sebenarnya pada dsampel minuman ringan berkarbonasi menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar logam mg/Kg} = \frac{C.V}{m}$$

Dimana C = konsentrasi logam terukur AAS ($\mu\text{g/mL}$)
V = volume larutan akhir (mL)
m = berat contoh (gram)

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi logam Pb pada sampel mg/Kg} &= \frac{C.V}{m} \\ &= \frac{2,29 \times 10^{-3}}{5,1538 \times 10^{-3}} \times 50 \text{ mL} \\ &= 22,2166 \text{ mg/Kg}\end{aligned}$$



Hasil Analisis Logam Timbal Dalam Linuman Ringan Berkarbonasi Yang Terukur AAS

NO.	JENIS SAMPEL	ULANGAN						TOTAL		RATA-RATA	
		I		II		III		A	C	A	C
		A	C	A	C	A	C				
1	BOTOL PLASTIK	0,1046	2,29	0,1011	2,17	0,0994	2,12	0,3051	6,58	0,1017	2,19
2	BOTOL KACA	0,1197	2,83	0,1180	2,77	0,1185	2,78	0,3562	8,38	0,1187	2,79
3	KALENG	0,1195	2,82	0,1196	2,82	0,1181	2,77	0,3572	8,41	0,1191	2,80
TOTAL		0,3438	7,94	0,3387	7,76	0,3360	7,67	1,0185	###	0,3395	7,79
RATA-RATA		0,1146	2,65	0,1129	2,59	0,1120	2,56	0,3395	7,79	0,1132	2,60

Penentuan Kadar Logam Sebenarnya

NO.	JENIS SAMPEL	ULANGAN			RATA-RATA
		I	II	III	
1	BOTOL PLASTIK	22,2166	20,7018	20,2263	21,0482
2	BOTOL KACA	27,0907	26,491	26,58	26,7206
3	KALENG	26,9898	26,9753	26,5046	26,8232

Lampiran 4 Analisis Data

Explore
JENIS PENDESTRUKSI

Case Processing Summary

		JENIS PENDESTRUKSI		Cases					
				Valid		Missing		Total	
				N	Percent	N	Percent	N	Percent
KONSENTRASI	Asam Nitrat	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%		
	asam nitrat + asam sulfat	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%		
	asam nitrat + asam sulfat + hidrogen peroksida	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%		

Tests of Normality

		JENIS PENDESTRUKSI		Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
				Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
KONSENTRASI	Asam Nitrat	,265	3	.	,953	3	,583		
	asam nitrat + asam sulfat	,292	3	.	,923	3	,463		
	asam nitrat + asam sulfat + hidrogen peroksida	,257	3	.	,960	3	,618		

a. Lilliefors Significance Correction

Oneway

Descriptives

KONSENTRASI

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
Asam Nitrat	3	,1267	,06658	,03844	-,0387	,2921	,07	,20
asam nitrat + asam sulfat	3	1,8667	,04163	,02404	1,7632	1,9701	1,82	1,90
asam nitrat + asam sulfat + hidrogen peroksida	3	1,1933	,18877	,10899	,7244	1,6623	1,03	1,40
Total	9	1,0622	,76668	,25556	,4729	1,6515	,07	1,90

Test of Homogeneity of Variances

KONSENTRASI

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
3,546	2	6	,096

ANOVA

KONSENTRASI

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	4,619	2	2,309	165,745	,000
Within Groups	,084	6	,014		
Total	4,702	8			

Post Hoc Tests

LSD

(I) JENIS PENDESTRUKSI	(J) JENIS PENDESTRUKSI	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
Asam Nitrat	asam nitrat + asam sulfat	-1,74000*	,09638	,000	-1,9758	-1,5042
	asam nitrat + asam sulfat + hidrogen peroksida	-1,06667*	,09638	,000	-1,3025	-,8308
	Asam Nitrat	1,74000*	,09638	,000	1,5042	1,9758
asam nitrat + asam sulfat	asam nitrat + asam sulfat + hidrogen peroksida	,67333*	,09638	,000	,4375	,9092
asam nitrat + asam sulfat + hidrogen peroksida	Asam Nitrat	1,06667*	,09638	,000	,8308	1,3025
	asam nitrat + asam sulfat	-,67333*	,09638	,000	-,9092	-,4375

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

**Explore
STABILITAS SAMPEL**

Case Processing Summary

		Cases					
		Valid		Missing		Total	
		N	Percent	N	Percent	N	Percent
konsentrasi	hari ke 0	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	hari ke 1	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	hari ke 2	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	hari ke 5	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	hari ke 8	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	hari ke 15	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	hari ke 30	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%

Tests of Normality

		Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
konsentrasi	hari ke 0	,350	3	.	,830	3	,188
	hari ke 1	,376	3	.	,771	3	,047
	hari ke 2	,367	3	.	,794	3	,100
	hari ke 5	,385	3	.	,750	3	,000
	hari ke 8	,376	3	.	,771	3	,048

hari ke 15	,385	3	.	,750	3	,000
hari ke 30	,339	3	.	,850	3	,241

a. Lilliefors Significance Correction

Oneway

Descriptives

konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
hari ke 0	3	2,6633	,20306	,11724	2,1589	3,1678	2,43	2,80
hari ke 1	3	2,1467	,20502	,11837	1,6374	2,6560	1,91	2,27
hari ke 2	3	2,5000	,19079	,11015	2,0261	2,9739	2,28	2,62
hari ke 5	3	2,6100	,20785	,12000	2,0937	3,1263	2,37	2,73
hari ke 8	3	2,7000	,19925	,11504	2,2050	3,1950	2,47	2,82
hari ke 15	3	2,3667	,19630	,11333	1,8790	2,8543	2,14	2,48
hari ke 30	3	1,5467	,11930	,06888	1,2503	1,8430	1,41	1,63
Total	21	2,3619	,41839	,09130	2,1715	2,5524	1,41	2,82

Test of Homogeneity of Variances

konsentrasi

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
,423	6	14	,852

ANOVA

konsentrasi

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	2,990	6	,498	13,663	,000
Within Groups	,511	14	,036		
Total	3,501	20			

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: konsentrasi

LSD

(I) hari	(J) hari	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
hari ke 0	hari ke 1	,51667*	,15594	,005	,1822	,8511
	hari ke 2	,16333	,15594	,313	-,1711	,4978

	hari ke 5	,05333	,15594	,737	-,2811	,3878
	hari ke 8	-,03667	,15594	,818	-,3711	,2978
	hari ke 15	,29667	,15594	,078	-,0378	,6311
	hari ke 30	1,11667*	,15594	,000	,7822	1,4511
	hari ke 0	-,51667*	,15594	,005	-,8511	-,1822
	hari ke 2	-,35333*	,15594	,040	-,6878	-,0189
hari ke 1	hari ke 5	-,46333*	,15594	,010	-,7978	-,1289
	hari ke 8	-,55333*	,15594	,003	-,8878	-,2189
	hari ke 15	-,22000	,15594	,180	-,5545	,1145
	hari ke 30	,60000*	,15594	,002	,2655	,9345
	hari ke 0	-,16333	,15594	,313	-,4978	,1711
	hari ke 1	,35333*	,15594	,040	,0189	,6878
hari ke 2	hari ke 5	-,11000	,15594	,492	-,4445	,2245
	hari ke 8	-,20000	,15594	,220	-,5345	,1345
	hari ke 15	,13333	,15594	,407	-,2011	,4678
	hari ke 30	,95333*	,15594	,000	,6189	1,2878
	hari ke 0	-,05333	,15594	,737	-,3878	,2811
	hari ke 1	,46333*	,15594	,010	,1289	,7978
hari ke 5	hari ke 2	,11000	,15594	,492	-,2245	,4445
	hari ke 8	-,09000	,15594	,573	-,4245	,2445
	hari ke 15	,24333	,15594	,141	-,0911	,5778
	hari ke 30	1,06333*	,15594	,000	,7289	1,3978
hari ke 8	hari ke 0	,03667	,15594	,818	-,2978	,3711
	hari ke 1	,55333*	,15594	,003	,2189	,8878

	hari ke 2	,20000	,15594	,220	-,1345	,5345
	hari ke 5	,09000	,15594	,573	-,2445	,4245
	hari ke 15	,33333	,15594	,051	-,0011	,6678
	hari ke 30	1,15333*	,15594	,000	,8189	1,4878
	hari ke 0	-,29667	,15594	,078	-,6311	,0378
	hari ke 1	,22000	,15594	,180	-,1145	,5545
hari ke 15	hari ke 2	-,13333	,15594	,407	-,4678	,2011
	hari ke 5	-,24333	,15594	,141	-,5778	,0911
	hari ke 8	-,33333	,15594	,051	-,6678	,0011
	hari ke 30	,82000*	,15594	,000	,4855	1,1545
	hari ke 0	-1,11667*	,15594	,000	-1,4511	-,7822
	hari ke 1	-,60000*	,15594	,002	-,9345	-,2655
hari ke 30	hari ke 2	-,95333*	,15594	,000	-1,2878	-,6189
	hari ke 5	-1,06333*	,15594	,000	-1,3978	-,7289
	hari ke 8	-1,15333*	,15594	,000	-1,4878	-,8189
	hari ke 15	-,82000*	,15594	,000	-1,1545	-,4855

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

Explore

JENIS KEMASAN

Case Processing Summary

JENIS KEMASAN		Cases					
		Valid		Missing		Total	
		N	Percent	N	Percent	N	Percent
KONSENTRASI	KEMASAN BOTOL PLASTIK	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	KEMASAN BOTOL KACA	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%
	KEMASAN KALENG	3	100,0%	0	0,0%	3	100,0%

Tests of Normality

JENIS KEMASAN		Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
KONSENTRASI	KEMASAN BOTOL PLASTIK	,297	3	.	,917	3	,440
	KEMASAN BOTOL KACA	,335	3	.	,859	3	,264
	KEMASAN KALENG	,376	3	.	,772	3	,050

a. Lilliefors Significance Correction

Oneway

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
KEMASAN BOTOL PLASTIK	3	4,209633	,2078613	,1200088	3,693277	4,725990	4,0453	4,4433
KEMASAN BOTOL KACA	3	5,344100	,0647009	,0373551	5,183374	5,504826	5,2982	5,4181
KEMASAN KALENG	3	5,364667	,0552426	,0318943	5,227436	5,501897	5,3009	5,3980
Total	9	4,972800	,5833554	,1944518	4,524393	5,421207	4,0453	5,4181

Test of Homogeneity of Variances

KONSENTRASI

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
4,726	2	6	,059

ANOVA

KONSENTRASI

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	2,622	2	1,311	77,954	,000
Within Groups	,101	6	,017		
Total	2,722	8			

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: KONSENTRASI

LSD

(I) JENIS KEMASAN	(J) JENIS KEMASAN	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
KEMASAN BOTOL PLASTIK	KEMASAN BOTOL KACA	-1,1344667*	,1058765	,000	-1,393537	-,875396
	KEMASAN KALENG	-1,1550333*	,1058765	,000	-1,414104	-,895963
KEMASAN BOTOL KACA	KEMASAN BOTOL PLASTIK	1,1344667*	,1058765	,000	,875396	1,393537
	KEMASAN KALENG	-,0205667	,1058765	,852	-,279637	,238504
KEMASAN KALENG	KEMASAN BOTOL PLASTIK	1,1550333*	,1058765	,000	,895963	1,414104
	KEMASAN BOTOL KACA	,0205667	,1058765	,852	-,238504	,279637

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

Lampiran 5. Dokumentasi



Proses destruksi sampel



senyawa organik yang tidak diinginkan menguap



Proses destruksi hampir selesai



proses destruksi selesai



Sampel dimasukkan ke botol kaca



sampel siap si analisis dengan SSA