

**ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb) PADA BUAH APEL (*Pylus Malus L.*)
DENGAN METODE DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI

oleh:
MELINDA KARTIKASARI
NIM. 12630009



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2016**

**ANALISIS LOGAM TIMBAL (Pb) PADA BUAH APEL (*Pylus Malus L.*)
DENGAN METODE DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)**

PROPOSAL PENELITIAN

Oleh :

MELINDA KARTIKASARI

NIM. 12630009

Telah disetujui oleh:

Pembimbing

Konsultan

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

Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIPT. 20130902 2 317

**Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia**

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

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur penyusun ucapkan atas kehadiran Allah SWT Yang Maha Pengasih dan Yang Maha Penyayang, dimana dengan limpahan rahmat, taufik dan hidayah-Nya penyusun dapat menyelesaikan proposal penelitian ini dengan semaksimal mungkin. Sholawat serta salam selalu tercurah limpahkan kepada junjungan kita Nabi akhir zaman, yang merupakan pencetus kehidupan keadilan, revolusionis dunia, penuntun umatnya agar senantiasa berlandaskan al-Qur'an dan al-Hadist serta suritauladan terbaik yaitu Nabi Muhammad SAW.

Penelitian dengan judul “**Analisis Logam Timbal (Pb) Pada Buah Apel (*Pylus Malus L.*) Dengan Metode Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)**”. Penyusunan penelitian ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban jenjang S1 dalam tugas akhir berupa skripsi. Semoga kedepannya dapat terlaksana dengan sebaik-baiknya, serta dapat memberikan hasil yang maksimal sehingga dapat memberi manfaat kepada para pembaca.

Selama proses penyusunan penelitian ini penyusun mendapat banyak bimbingan, nasihat, dan bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penyusun mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ayah, ibu dan kedua kakak laki-laki saya tercinta yang telah banyak memberikan nasihat, doa dan dukungan baik moril maupun materil yang tak mungkin terbalaskan juga keluarga besar penyusun.
2. Bapak Prof. Dr. Mujia Raharjo, M.Si, selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si, selaku dosen pembimbing 1 penelitian yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan penelitian ini.

5. Bapak A.Ghanaim Fasya, M.Si, selaku dosen pembimbing 2 penelitian yang telah memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penyusun dalam menyelesaikan penelitian ini.
6. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si, selaku dosen konsultan yang telah memberikan pengarahan, bimbingan dan nasehat kepada penyusun selama menyelesaikan penelitian ini.
7. Ibu Akyunul Jannah, S.Si, M.P, selaku dosen penguji utama dalam skripsi ini yang telah memberikan pengarahan, bimbingan dan nasehat kepada penyusun selama menyelesaikan penelitian ini
8. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penyusun.
9. Teman-teman Jurusan Kimia angkatan 2012 khususnya kelompok analitik buah dan sayur serta semua mahasiswa Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi dan masukannya kepada penyusun dalam menyelesaikan penelitian ini.
10. Semua rekan-rekan dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasinya kepada penyusun.

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

Malang, 16 Juni 2016

Penyusun

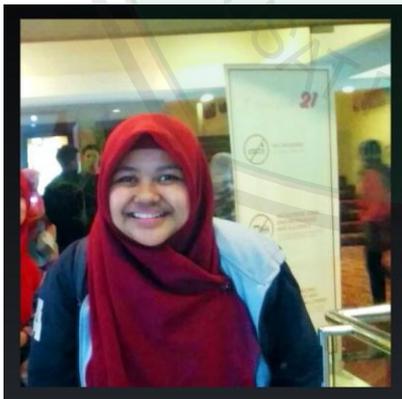
PERSEMBAHAN

Assalamualaikum.. Selamat membaca Skripsi saya.. ☺

“Kupersembahkan Skripsi ini untuk Bapak Ibu Tercinta, serta seseorang yang selalu mengisi hari-hariku, memberi dorongan, motivasi dan keceriaan untuk menjalani kehidupan yang penuh arti dan syarat akan makna”.

MY THANK'S FOR ALL TO:

- **Ayahanda dan Ibunda, serta Mas Agus dan Mas Andri yang tercinta yang telah memberikan dorongan baik moril, material, maupun doa restunya.**
- ***Jodohku* yang masih dirahasiakan oleh Allah yang selalu ada dihatiku yang paling aku cintai dan sayangi, yang selalu memberikan warna dalam perjalanan kehidupanku**
- **Bapak Ibu Dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi serta Bapak Ibu Dosen UIN Malang terimakasih atas ilmu yang telah diberikan.**
- **Teman-teman Kimia angkatan 2012, khususnya kelas A.. serta adik-adik tingkat 2013-2015.. serta teman-teman saya dari TK sampai SMA..**
- **Teman-teman angkatan 2012, dhinarty, mbak laily, caca, uty dan rahma. Adik angkatan 2013 khususnya Adik Mustofa (Dayat), Adik Rahmad (RD), Adik Hanani, Adik Yorda dan Adik Regnant yang selalu setia menghibur dan bisa bikin ketawa. Jangan lupakan Mbak mu ini yaa... ☺ . Tidak lupa teman-teman Tim Analitik 2012.. sukses selalu..**



Made In Melinda Kartikasari
@melindasukardi

“Jadikan Sabar dan Sholat Sebagai Penolongmu dan Sesungguhnya Yang Demikian Sangat Berat, Kecuali Bagi Orang-Orang Yang Tunduk Kepada Allah” (Surat Al Baqoroh:45)

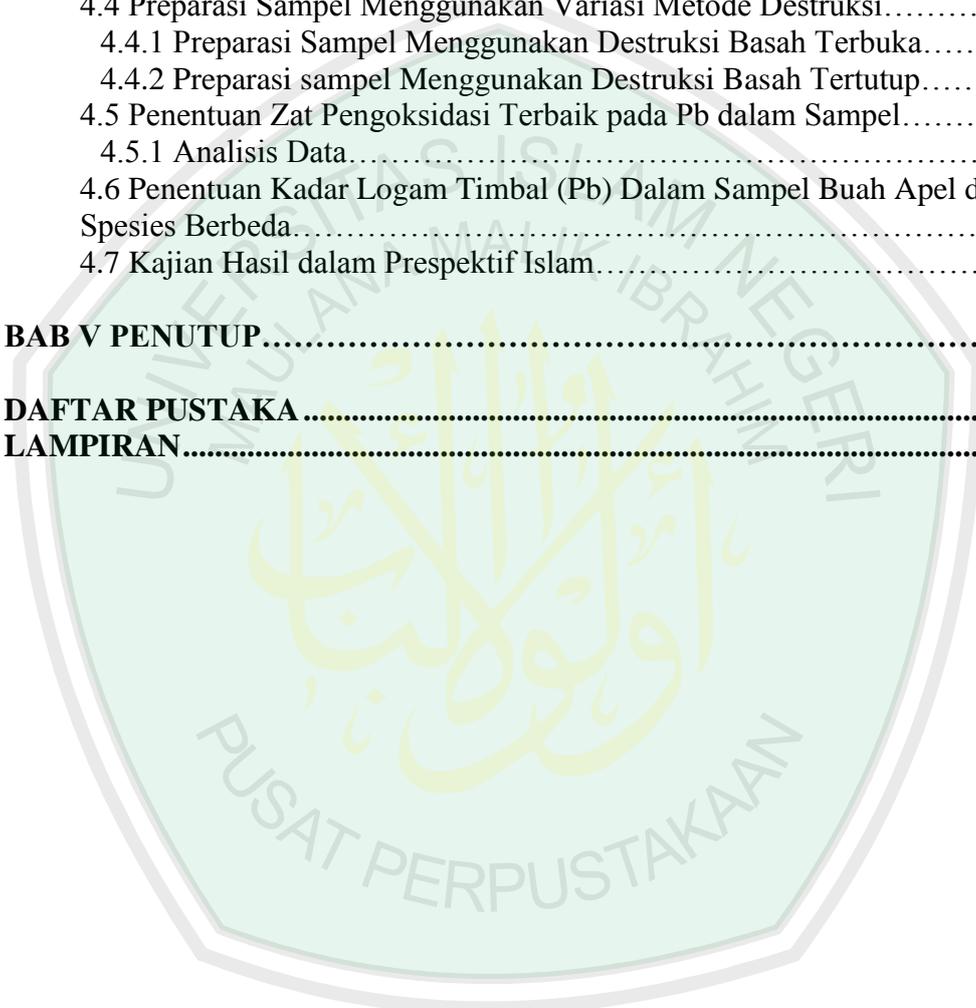
Kamu tak akan pernah sadar, ada orang yang lebih menyayangi kamu dibanding orang yang kamu harapkan sekarang. Diamku dan diammu sekarang semoga adalah sebuah kebaikan. Semoga kamu selalu terjaga. Untuk mu jiwa pengagum sunyi..

Aku selalu bersama Doa Ibu..

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN	ii
KATA PENGANTAR.....	iii
DAFTAR ISI.....	v
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
ABSTRAK.....	x
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Manfaat Penelitian	8
1.5 Batasan Masalah.....	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	9
2.1 Apel (<i>Pylus Malus L.</i>)	9
2.1.1 Kandungan Gizi Buah Apel	12
2.1.2 Manfaat Buah Apel Bagi Kesehatan	13
2.2 Logam	14
2.3 Timbal	15
2.3.1 Toksisitas Timbal	16
2.3.2 Penggunaan Timbal.....	17
2.3.3 Analisis Pb Pada Berbagai Jenis Makanan	17
2.4 Analisa Pb Spektrofotometri Serapan Atom	20
2.5 Metode Destruksi	27
2.5.1 Destruksi Basah.....	29
2.5.2 Destruksi Refluks	30
2.6 Metode Kurva Standar	31
2.7 Uji Two Way Annova.....	32
2.8 Makanan Hslal dan Baik dalam Perspektif Islam.....	33
BAB III METODOLOGI	37
3.1 Pelaksanaan Penelitian	37
3.2 Alat dan Bahan	37
3.2.1 Alat	37
3.2.2 Bahan.....	37
3.3 Rancangan Penelitian	38
3.4 Tahapan Penelitian	39
3.5 Metode Penelitian.....	39
3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel	39
3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom Logam Pb	40
3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Pb.....	40
3.5.4 Penentuan Pb Terbaik Menggunakan Destruksi Basah	41
3.5.4.1 Penentuan Pb Terbaik Menggunakan Destruksi Basah Variasi Pelarut.....	41
3.5.4.2 Preparasi sampel Menggunakan Destruksi Basah	43

3.5.4.3 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Refluks.....	43
3.5.4.4 Penentuan Kadar Logam Pb Dalam Sampel Apel dengan Spesies Berbeda.....	43
3.6 Analisa Data	34
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	45
4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel.....	45
4.2 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom.....	46
4.3 Pembuatan Kurva Standart Timbal (Pb).....	48
4.4 Preparasi Sampel Menggunakan Variasi Metode Destruksi.....	52
4.4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka.....	52
4.4.2 Preparasi sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup.....	54
4.5 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik pada Pb dalam Sampel.....	55
4.5.1 Analisis Data.....	57
4.6 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sampel Buah Apel dengan Spesies Berbeda.....	60
4.7 Kajian Hasil dalam Prespektif Islam.....	61
BAB V PENUTUP.....	66
DAFTAR PUSTAKA	67
LAMPIRAN.....	70



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Panjang Gelombang Pada Timbal (Pb).....	24
Tabel 2.2 Nyala Penetapan Unsur Pb	26
Tabel 3.1 Tabel Volume Perbandingan Zat Pengoksidasi.....	42
Tabel 3.2 Hasil Analisis Kadar logam Timbal (Pb).....	43
Tabel 4.1 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Pb.....	48
Tabel 4.2 Hasil Uji Two Annova.....	58



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Buah Apel.....	9
Gambar 2.2 Komponen SSA.....	27
Gambar 4.1 Preparasi Sampel Apel.....	46
Gambar 4.2 Grafik Kurva Standar Logam Timbal.....	49
Gambar 4.3 Diagram Perbandingan Perolehan Konsentrasi Pb.....	59
Gambar 4.4 Diagram Batang Konsentrasi Pb Dalam Setiap Sampel.....	61



ABSTRAK

Kartikasari, M. 2016. **Analisis Logam Timbal (Pb) Pada Buah Apel (*Pylus Malus L.*) Dengan Metode Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: A. Ghanaim Fasya, M.Si; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata Kunci : Buah Apel, Timbal, Destruksi, SSA

Buah Apel merupakan salah satu buah-buahan yang banyak mengandung antioksidan dan vitamin. Buah Apel yang dijual di pasaran terdapat cemaran logam berat yang disebabkan oleh polusi udara dari proses pengantaran. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel buah apel menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dan mengetahui kadar timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada sampel buah apel.

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory*, yang meliputi: pemilihan sampel yang menggunakan buah apel manalagi dan buah apel *granny smith*, pembuatan kurva standart timbal (Pb), kemudian preparasi dengan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi. Metode destruksi yang digunakan ialah destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup, dengan variasi zat pengoksidasi HNO_3 , $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1). Penentuan kadar logam timbal (Pb) diukur menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Kadar timbal (Pb) terukur yang paling tinggi dari metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik selanjutnya digunakan untuk menentukan kadar timbal (Pb) pada masing-masing spesies buah apel.

Hasil penelitian didapatkan metode destruksi terbaik adalah destruksi basah tertutup dengan zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) dengan rata-rata konsentrasi logam timbal (Pb) pada apel 13,318 mg/kg. Pada hasil *Two Way Anova* nilai F hitung (18,597) > F tabel (0,361), maka sesuai aturan H_0 ditolak dan H_1 diterima, artinya terdapat pengaruh yang signifikan dengan adanya variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dari penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam buah apel. Konsentrasi logam timbal (Pb) pada buah apel manalagi sebesar 9,305 mg/kg dan pada buah apel *granny smith* sebesar 6,821 mg/kg.

ABSTRACT

Kartikasari, M. 2016. **Analysis of Lead (Pb) in Apples (*Pylud Malus L.*) using a Variation Wet Destruction Method use Atomic Absorption Spectrofotometry (AAS).** Thesis. Chemistry Departement, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Supervisor II: A.Ghanaim Fasya, M.Si; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Keywords: Apple Fruit, Lead, Destruction, AAS

Apple is one of the fruits that contain lots of antioxidants and vitamins. Apples sold in the market many contamination of heavy metal caused by air pollution from the delivery process. This research aims to know the best destruction method and a variety of oxidant solution for analyzing lead (Pb) in sample of apples fruit using Atomic Absorption Spectrofotometry (AAS) and to know content lead (Pb) in sample of apple fruit.

This research uses experimental Laboratory, including: selecting sample of manalagi apple and *granny smith* apple, making a curve of lead (Pb) standard, and then prepared with destruction method and a variety of oxidant solution. Destruction method that is used is dry, wet and refluks ashing with a variety of oxidant solution HNO_3 , $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1). Determination of lead (Pb) is measured by Atomic Absorption Spectrafotometry (AAS). Highest measured lead (Pb) from destruction and thr best oxidant solution afterwards is used for determining lead (Pb) for each brand.

The result produced by the best destruction method is wet ashing with mixed axidant solution $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) with on average of measured lead (Pb) 13,318 mg/kg. On the result of two way Annova count valye $F(18,597) > F$ table (0,361), then according to the rules H_0 refused and H_1 accepted, meaning that there is significant influence by the variation method of destruction and the oxidizing agent of the determination of metallic lead in apples. Afterwards, the lead (Pb) in the manalagi apple is 9,305 mg/kg and *granny smith* apple is 6,821 mg/kg.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Al quran telah mengajarkan kepada kita bahwasannya Allah menjadikan segala sesuatu yang hidup di atas bumi dan air ini banyak tersimpan unsur-unsur hara yang sangat penting bagi pertumbuhan. Allah SWT memerintahkan manusia supaya memperhatikan keberagaman dan keindahan ciptaan-Nya di muka bumi ini, sebagaimana firmanNya dalam Al quran surat an Nahl ayat 11 yang berbunyi:

يُنْبِتُ لَكُمْ بِهِ الزَّرْعَ وَالزَّيْتُونَ وَالنَّخِيلَ وَالْأَعْنَابَ وَمِنْ كُلِّ الثَّمَرَاتِ إِنَّ فِي ذَلِكَ
لَآيَةً لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ

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

Dewasa ini buah yang dijual baik di swalayan dan pasar tradisional telah menjadi pilihan makanan yang cukup digemari oleh masyarakat Indonesia, salah satunya adalah buah apel. Buah apel dari dalam dan luar negeri ini digemari karena ada disetiap segala musim, mudah diperoleh baik di pasar tradisional maupun swalayan, tahan lama, dan tidak mudah busuk (US Environmental Protection Agency, 1995).

Meskipun buah apel yang dihasilkan berlimpah memberikan banyak keuntungan dalam penjualan makanan, namun keamanan dan pengaruhnya terhadap konsumen tetap harus diperhatikan. Komponen logam pada udara atau polusi saat buah apel diantarkan ke tempat penjualan dapat berpindah ke dalam

produk makanan yang dikemasnya. Berpindahannya tersebut dapat menimbulkan kontaminasi logam berat yang dapat mengontaminasi produk yaitu salah satunya timbal (Pb).

Logam timbal (Pb) dapat masuk ke tubuh melalui makanan jajanan yang dijual di pinggir jalan dalam keadaan terbuka. Hal ini akan lebih berbahaya lagi apabila makanan tersebut dipajangkan dalam waktu yang lama. Timbal (Pb) yang terdapat dalam asap-asap kendaraan bermotor merupakan salah satu sumber pencemaran terhadap buah-buahan yang dijual di pinggir jalan (Widowati, 2008).

Beberapa faktor yang menentukan besarnya timbal pada cemaran udara seperti nitrat dan beberapa senyawa sulfur, tingginya sisa oksigen dalam makanan, suhu dan lama penyimpanan. Kerusakan bahan pangan berlemak terutama disebabkan oleh proses oksidasi mengakibatkan vitamin yang larut dalam lemak dan oksidasi asam-asam lemak tak jenuh, sehingga bahan pangan berbau tengik dan nilai gizi dan cita rasa bahan pangan menurun (Rohman, 2007).

Dengan adanya resiko tercemarnya buah oleh logam berat, terutama logam timbal yang dapat membahayakan kesehatan konsumen, maka perlu dilakukan pemeriksaan lebih lanjut terhadap kontaminasi logam tersebut pada buah apel yang terdapat di pasaran. Untuk menganalisa cemaran logam dalam sampel seperti buah apel, diperlukan suatu metode analisis kuantitatif yang mampu menetapkan kadar unsur-unsur logam dalam jumlah kecil. Metode yang cocok untuk tujuan tersebut ialah metode Spektrofotometri Serapan Atom. Metode ini cocok karena mempunyai kepekaan yang tinggi, selektif untuk penetapan kadar logam, pelaksanaan yang relatif sederhana, dan interferensinya sedikit (Rohman, 2007).

Timbal merupakan logam yang berwarna abu-abu, mempunyai titik didih 1620°C dan titik leleh 327,5°C, lunak dan dapat ditempa serta sukar menghantar arus listrik. Kontaminasi logam berat timbal dalam makanan dengan konsentrasi yang cukup tinggi dapat menimbulkan efek buruk terhadap kesehatan konsumen. Logam-logam tersebut berbahaya apabila masuk ke dalam sistem metabolisme dalam jumlah melebihi ambang batas. Toksisitas akut dari logam-logam tersebut umumnya menimbulkan gangguan saluran cerna seperti perut kaku, mual, muntah, dan diare, terutama pada anak-anak. Sementara itu timbal merupakan logam yang bersifat kumulatif sehingga paparan terus-menerus terhadap logam tersebut sangat berbahaya. Paparan kronis timbal pada orang dewasa dapat menimbulkan hipertensi dan anemia (Gad, 2005; Godt *et al.*, 2006).

Banyaknya penelitian yang melakukan analisis logam berat dalam tanaman seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Mariti (2005) pada daun teh, yang memperoleh hasil kandungan logam Pb lebih tinggi berada pada sampel yang dekat dengan jalan raya, yaitu berjarak 5 meter dari jalan raya. Kandungan logam Pb berkisar 2,473 mg/Kg, kandungan logam Pb pada daun teh ini telah melewati ambang batas maksimum yang telah ditetapkan Dirjen POM Depkes RI tahun 1989 yaitu, 2,0 mg/Kg. Selain itu penelitian juga telah dilakukan oleh Trianni (2010), yang memperoleh hasil kandungan logam Pb berkisar 1,64-2,82 mg/Kg pada kangkung yang ditanam di Jalan Ida Bagus Matra Denpasar, dimana jalan tersebut merupakan jalan raya yang dilewati kendaraan bermotor baik roda dua maupun roda empat. Hasil ini berada dalam ambang batas maksimum cemaran logam Pb dalam bahan pangan khususnya buah dan sayur sebesar 0,5 mg/Kg SNI 7387 : 2009.

Penelitian logam berat timbal juga dilakukan pada buah apel seperti penelitian yang dilakukan Winarna (2015) menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 dan sampel buah apel diperoleh dari tempat yang berbeda. Hasil penelitian ini memperoleh kandungan timbal pada buah apel dengan kulit di jalan Sisingamangaraja sebesar 0,178 ppm dan kandungan timbal pada buah apel dengan kulit di jalan Undata palu, sebesar 0,174 ppm.

Penentuan mineral dalam bahan pangan harus melalui proses destruksi. Destruksi merupakan proses perusakan oksidatif dari bahan organik sebelum penetapan suatu analit anorganik atau untuk memecah antara senyawa organik (Dewi, 2012). Metode tersebut digunakan untuk menghilangkan efek matriks pada sampel. Dalam pendestruksian hendaknya memilih zat pengoksidasi yang cocok baik untuk logam maupun jenis makanan yang akan dianalisis. Penentuan mineral dalam bahan pangan harus melalui proses destruksi. Destruksi ada dua yaitu destruksi kering dan destruksi basah. Dalam preparasi destruksi basah untuk sampel yang berbahan dasar daging masih didapatkan zat pengoksidasi yang berbeda-beda seperti HNO_3 p.a, dan HClO_4 p.a ataupun percampuran diantara keduanya.

Dalam penelitian Indrajati Kohar dkk (2005) mengenai studi kandungan logam Pb dalam batang dan daun kangkung dengan metode destruksi basah terbuka menggunakan pengoksidasi HClO_4 dan HNO_3 dengan menggunakan pemanas hotplate pada suhu $100-120^\circ\text{C}$. Menurut Darmono (1995) metode analisis logam dalam makanan dengan menggunakan refluks dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu destruksi yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri air, sampel didestruksi menggunakan zat pengoksidasi dan

dipanaskan pada temperatur 120°C. Kondensor disambungkan kemudian dialiri air mengalir yang berfungsi sebagai pendingin, sehingga uap yang keluar dari tabung akan kembali mengembun masuk kembali ke dalam tabung. Destruksi dilakukan selama 4 jam, kemudian didinginkan dan disaring (Bortolli dkk, 1995).

Destruksi basah dilakukan dengan cara menguraikan bahan organik dalam larutan oleh asam pengoksidasi pekat dan panas seperti H₂SO₄, HNO₃, H₂O₂ dan HClO₄ dengan pemanasan sampai jernih. Mineral anorganik akan larut dalam larutan asam kuat. Mineral berada dalam bentuk kation logam dan ikatan kimia dengan senyawa organik telah terurai. Larutan selanjutnya disaring dan siap dianalisis dengan SSA (Maria, 2010).

Proses analisis sampel haruslah memberikan kontaminasi yang serendah mungkin selama preparasi sampel berlangsung. Teknik analisis juga harus sensitif dengan tingkat keakuratan yang tinggi. Dengan mempertimbangkan syarat tersebut, maka metode SSA merupakan metode yang tepat untuk digunakan. Kelebihan metode ini yaitu memiliki sensitivitas yang tinggi, analisisnya teliti dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana dan tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam pelaksanaannya serta memberikan kadar total logam timbal dalam sampel (Darmono, 1995).

Selain variasi destruksi basah, variasi zat pengoksidasi juga penting dilakukan. Penggunaan variasi zat pengoksidasi terbaik bertujuan untuk mendapatkan kadar logam yang maksimal. Hal ini dikarenakan jenis pelarut sangat berpengaruh terhadap destruksi sampel yang akan dianalisis. Analisis Pb menggunakan AAS dilakukan pada panjang gelombang 217 nm (Rohman, 2007). AAS merupakan suatu alat yang teknik analisisnya berdasarkan absorpsi radiasi

elektromagnetik oleh atom-atom yang tidak tereksitasi. AAS digunakan untuk analisis logam berat seperti Zn, Cu, Pb, Fe dan lain-lain (Dewi, 2005).

Penelitian menggunakan variasi metode destruksi yakni destruksi cara basah dilakukan dengan melarutkan sampel ke dalam campuran asam pekat HNO₃ dan HClO₄ dengan perbandingan 1:1. Sedangkan destruksi cara kering dilakukan dengan memanaskan sampel pada variasi suhu 400, 600 dan 700°C selama 5 jam dan sampel kemudian ditambahkan aqua regia dengan perbandingan 3:1. Hasil analisis menunjukkan bahwa destruksi basah memberikan hasil yang lebih tinggi dibandingkan dengan destruksi kering. Pada destruksi basah, kadar kalsium di dalam buah apel berkisar 380-580 µg/g, sedangkan kadar besi 43-110 µg/g (Anum, 2009)

Hasil penelitian yang dilakukan pada buah apel yakni 1 gram bahan kering ditimbang ke dalam gelas 50 ml, diikuti dengan penambahan 10 ml campuran asam kelas analitis HNO₃:HClO₄ dalam rasio 5:1. Pemanasan dilakukan pada suhu sekitar 190° C selama 1,5 jam. Setelah pendinginan, larutan dibuat hingga volume akhir 30 ml dengan air suling. Hasil yang diperoleh dari penelitian ini adalah 0,767-1,440 ppm (Naser, 2009).

Hasil analisis kandungan cemaran timbal pada buah tomat dengan jarak 20 meter dari jalan masih dalam nilai ambang batas, yaitu 0,9977 mg/Kg sesuai dengan Surat Keputusan Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan Nomor 03725/B/SK/VII/89, tentang batas maksimum cemaran logam dalam makanan yaitu 1 mg/Kg. Hasil analisis konsentrasi timbal dari daun tomat juga tidak melebihi nilai ambang batas. Untuk batas cemaran logam timbal pada daun yaitu 0,5 mg/Kg yang disyaratkan oleh Standar Nasional Indonesia 7387 - 2009.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kadar cemaran logam timbal (Pb) dalam sampel apel yang dijual di pasaran dengan menggunakan variasi metode destruksi basah terbuka dan tertutup zat pengoksidasi secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Penggunaan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi ini bertujuan untuk mendapatkan hasil analisis logam yang maksimal dan efisien, karena metode destruksi dan zat pengoksidasi sangat berpengaruh terhadap hasil serapan logam pada sampel yang akan dianalisis.

1.2 Rumusan Masalah

1. Apakah metode terbaik untuk analisis logam timbal pada buah apel menggunakan destruksi basah terbuka atau destruksi basah tertutup secara SSA?
2. Berapa kadar timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada sampel apel?

1.3 Tujuan

1. Mengetahui metode terbaik untuk analisis logam timbal pada buah apel menggunakan destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup secara SSA.
2. Mengetahui kadar timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada sampel apel.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Mengetahui metode analisis logam timbal secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).
2. Memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan logam timbal pada buah apel lokal dan apel impor yang dijual di pasaran.

1.5 Batasan Masalah

1. Menggunakan buah Apel *Granny Smith* dan Apel Manalagi.
2. Menggunakan sampel yang dijual di wilayah Kota Malang.
3. Variasi pelarut asam pendestruksi yang digunakan dalam analisis cemaran logam timbal (Pb) dengan destruksi basah terbuka dan tertutup secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah HNO_3 p.a saja, HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (1:1), HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (3:1), HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (5:1), dan HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (8:1).

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Apel (*Pyrus Malus.L*)



Gambar 2.1 Buah Apel

Regnum	: Plantae (Tumbuhan)
Sub Regnum	: Tracheobionta (Tumbuhan berpembuluh)
Divisi	: Spermatophyta (Menghasilkan biji)
Sub Divisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledoneae
Sub Kelas	: Dialypetalae
Ordo	: Rosales
Famil	: Rosaceae (suku mawar-mawaran)
Genus	: <i>Pyrus</i>
Spesies	: <i>Pyrus malus</i> L.

Apel (*Pyrus malus*) dapat hidup subur di daerah yang mempunyai temperatur udara dingin. Tumbuhan ini di Eropa dibudidayakan terutama di daerah subtropis bagian Utara. Sedang apel lokal di Indonesia yang terkenal berasal dari daerah Malang, Jawa Timur. Atau juga berasal dari daerah Gunung Pangrango, Jawa Barat. Di Indonesia, apel dapat tumbuh dan berkembang dengan baik apabila dibudidayakan pada daerah yang mempunyai ketinggian sekitar 1200 meter di atas permukaan laut. Tumbuhan apel dikategorikan sebagai salah satu anggota keluarga mawar-mawaran dan mempunyai tinggi batang pohon dapat mencapai 7-10 meter. Daun apel sangat mirip dengan daun tumbuhan bunga

mawar. Berbentuk bulat telur dan dihiasi gerigi-gerigi kecil pada tepiannya (Anonim, 2010).

Buah apel mempunyai bentuk bulat sampai lonjong bagian pucuk buah berlekuk dangkal, kulit agak kasar dan tebal, pori-pori buah kasar dan renggang, tetapi setelah tua menjadi halus dan mengkilat. Warna buah hijau kemerah-merahan, hijau kekuningkuningan, hijau berbintik-bintik, merah tua dan sebagainya sesuai dengan variatesnya. Bijinya ada yang berbentuk panjang dengan ujung meruncing, ada yang brujung bulat dan tumpul, ada pula yang bentuknya antara pertama dan kedua (Handayani dan Prayitno 2009).

Buah apel merupakan buah yang lebih tahan lama dari pada buah-buah lainnya (umur petik 114 hari umur dan umur pemasaran/penyimpanan 21-28 hari). Buah apel yang telah disimpan memiliki rasa yang lebih enak, dari pada saat dipetik dari kebun tetap mengalami penguapan dan penguapan, maka apabila dibiarkan buah akan masak, lewat masak dan busuk, proses ini disebut respirasi (Bambang, 1996).

Kandungan gizi dalam 100 gram buah apel adalah 58 kkal energi, 4 gram lemak, 3 gram protein, 14,9 karbohidrat, 900 IU vitamin, 7 mg tiamin, 3 mg riboflavin, 2 mg niacin, 5 mg vitamin C, 0,04 mg vitamin B1, 0,04 mg vitamin B2, 6 mg kalsium, 3 mg zat besi, 10 mg fosfor, dan 130 mg potasium (kalium). Disamping itu, fungsi apel sebagai pencegahan penyakit terletak pada kandungan karoten dan pektinnya. Karoten memiliki aktivitas sebagai vitamin A dan antioksidan yang berguna untuk menangkal radikal bebas penyebab penyakit radikal bebas. Pektin adalah salah satu jenis serat yang bersifat larut dalam air. Karena berbentuk gel, pektin dalam memperbaiki otot pencernaan dan mendorong

sisanya makanan pada saluran pembuangan. Pektin juga dikenal sebagai antioksidan kolesterol karena dapat mengikat asam empedu yang merupakan ekskresi dari metabolisme kolesterol. Makin banyak asam empedu yang diikat oleh pektin dan terbuang keluar tubuh, makin banyak kolesterol yang dimetabolisme yang artinya jumlah kolesterol akan menurun. Selain itu pektin juga dapat menyerap kelebihan air dalam air, memperlunak feses, serta mengikat dan menghilangkan racun dalam usus. Buah apel memiliki indeks glikemik yang sangat rendah. Hal ini berarti bahwa kadar gula alami yang terdapat dalam apel tidak mempengaruhi naiknya gula darah. Keseimbangan gula darah serta menurunkan tekanan dan kolesterol (Nurharisah, 2012).

Apel yang berasal dari luar negeri jenis ini memang tergolong jenis apel yang memiliki karakteristik yang khas, bertekstur kulit licin lagi mengkilat, kulit berwarna hijau cerah dan bentuk buah bulat. Sedangkan untuk saat ini harga yang ditawarkan di pasaran, Apel *Granny Smith* mencapai Rp.30-40 ribuan per kilogramnya. Untuk kemasan quantity satu karton memiliki berat 18 kiloan, isi buahnya sendiri berjumlah antara 110-125 pieces per kartonnya.

Apel lokal jenis manalagi bila dilihat dari varian ukurannya yang beragam, apel ini umumnya dikategorikan dalam tiga pilihan. Dari yang besar (jumbo atau super), ukuran sedang (biasa) dan untuk ukuran yang paling kecil dikategorikan apel manalagi cherry. Ada juga terdapat dan tak kalah baik kualitasnya dengan buah apel lokal seperti jenis apel manalagi. Namun bila kita perhatikan dari keduanya memiliki beberapa perbedaan dan kesamaan. Perbedaannya terletak pada warna yang cenderung pucat dan tekstur kulit agak

sedikit kasar. Kendati demikian dari keduanya mempunyai kesamaan di soal rasa, yakni terasa manis-manis seger di tiap gigitannya.

2.1.1 Kandungan Gizi Buah Apel

Sebagai buah yang sehat, apel kaya akan kandungan gizi, namun yang paling dominan adalah vitaminnya. Ada banyak vitamin yang terdapat di buah apel, diantaranya adalah vitamin A, vitamin B₁, vitamin B₂, vitamin B₃, vitamin B₅, vitamin B₆, vitamin B₉ dan vitamin C.

Sedangkan mineral yang dikandung dalam buah apel antara lain kalsium, magnesium, potasium, zat besi, dan zinc. Serat juga dimiliki oleh buah apel ini, sehingga apel baik untuk orang yang sedang diet. Serat bisa mencegah lapar yang datang lebih cepat. Serat berguna mengikat lemak dan kolesterol jahat di dalam tubuh yang selanjutnya akan dibuang.

Buah apel juga mengandung fitokimia. Fitokimia merupakan antioksidan untuk melawan radikal bebas. Zat ini juga berfungsi untuk menekan jumlah kolesterol jahat (LDL) dalam tubuh yang dapat menyebabkan penyumbatan pembuluh darah.

Selain itu buah apel juga memiliki kandungan lain seperti Tanin yang berfungsi membersihkan dan menyegarkan mulut, Baron yang berfungsi mempertahankan jumlah hormon estrogen dalam tubuh seorang wanita, Flavoid yang berfungsi menurunkan risiko kanker, Asam D-glucaric yang dapat menurunkan kadar kolesterol, Asam tartar yang dapat menyehatkan saluran pencernaan dan membunuh bakteri jahat yang ada dalam saluran pencernaan.

2.1.2 Manfaat Buah Apel Bagi Kesehatan

Dari penjelasan tentang kandungan gizi buah apel diatas sebenarnya sudah dapat terlihat manfaat dari buah apel bagi kesehatan. Untuk lebih jelasnya berikut manfaat buah apel bagi kesehatan :

- Meningkatkan sistem kekebalan tubuh
- Meningkatkan daya penglihatan
- Mencegah Penyakit mulut
- Membantu pertumbuhan tulang dan gigi
- Membantu merawat gigi
- Membantu mengurangi berat badan
- Mencegah Kanker
- Menurunkan kadar Kolesterol
- Membantu proses pencernaan

Dari sekian banyak manfaat apel bagi kesehatan, yang perlu anda perhatikan adalah bahwa setiap jenis apel memiliki khasiat yang berbeda karena ada beberapa kandungan gizi yang lebih dominan dalam beragam jenis apel, misalnya :

- Apel hijau lebih baik untuk pertumbuhan tulang, gigi, penglihatan, dan anti kanker.
- Apel kuning baik untuk hati, mata, kekebalan tubuh, mengurangi risiko terkena kanker.
- Apel merah baik untuk hati, fungsi daya ingat, menjaga kesehatan saluran kemih, dan mengurangi risiko kanker.

2.2 Logam

Logam berasal dari kerak bumi yang berupa bahan-bahan murni, organik dan anorganik. Logam itu sendiri dalam kerak bumi dibagi menjadi logam makro dan logam mikro, di mana logam makro ditemukan lebih dari 1.000 mg/kg dan logam mikro jumlahnya kurang dari 500 mg/kg (Darmono, 1995).

Logam dapat dibagi menjadi dua bagian yaitu logam esensial dan logam nonesensial. Logam esensial adalah logam yang diperlukan untuk membantu reaksi-reaksi biokimia yang terjadi di dalam tubuh makhluk hidup seperti membantu kerja enzim atau pembentukan sel darah merah. Sebaliknya logam nonesensial adalah logam yang keberadaannya dalam tubuh makhluk hidup dapat menimbulkan pengaruh-pengaruh negatif dan apabila kandungannya tinggi akan dapat merusak organ-organ tubuh makhluk hidup yang bersangkutan. Contoh logam esensial yaitu Na, K, Fe, Mg, Ca, sedangkan contoh logam nonesensial yaitu Hg, Pb, Cd, dan As (Darmono, 1995).

2.3 Timbal

Timbal (Pb) merupakan salah satu jenis logam berat. Timbal memiliki titik lebur yang rendah, mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif sehingga biasa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Timbal adalah logam yang lunak berwarna abu-abu kebiruan mengkilat. Logam ini mempunyai nomor atom 82 dengan berat atom 207,20. Titik didih timbal adalah 1740°C dan memiliki massa jenis 11,34 g/cm³ (Widowati, 2008).

Timbal merupakan bahan kimia yang termasuk dalam kelompok logam berat. Logam ini merupakan bahan kimia golongan logam yang sama sekali tidak dibutuhkan oleh tubuh. Bila masuk ke dalam tubuh organisme hidup dalam

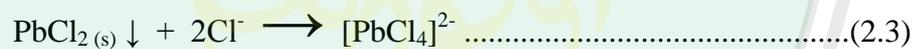
jumlah yang berlebihan akan menimbulkan efek negatif terhadap fungsi fisiologis tubuh (Palar, 1994).

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



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

Selain itu timbal juga dapat larut dalam asam klorida pekat atau kalium klorida pekat, sehingga terbentuk ion tetrakloroplumbat (II) (Vogel, 1990):



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).



2.3.1 Toksisitas Timbal

Keracunan yang ditimbulkan oleh persenyawaan logam Pb dapat terjadi karena masuknya persenyawaan logam tersebut ke dalam tubuh. Proses masuknya

Pb ke dalam tubuh dapat melalui beberapa jalur, yaitu melalui makanan dan minuman, udara dan perembesan atau penetrasi melalui selaput atau lapisan kulit (Palar, 1994).

Meskipun jumlah Pb yang diserap oleh tubuh hanya sedikit, logam ini ternyata menjadi sangat berbahaya. Hal ini disebabkan karena Timbal (Pb) adalah logam toksik yang bersifat kumulatif dan bentuk senyawanya dapat memberikan efek racun terhadap fungsi organ yang terdapat dalam tubuh (Darmono, 1995).

Gejala yang khas dari keracunan Pb antara lain:

1. Anemia: Pb dapat menghambat pembentukan hemoglobin (Hb) sehingga menyebabkan anemia. Selain itu, lebih dari 95% Pb yang terbawa dalam aliran darah dapat berikatan dengan eritrosit yang menyebabkan mudah pecahnya eritrosit tersebut (Darmono, 1995).
2. Aminociduria: terjadinya kelebihan asam amino dalam urin disebabkan ikut sertanya senyawa Pb yang terlarut dalam darah ke system urinaria (ginjal) yang mengakibatkan terjadinya kerusakan pada saluran ginjal (Darmono, 1995).
3. Gastroenteritis: keadaan ini disebabkan reaksi rangsangan garam Pb pada mukosa saluran pencernaan, sehingga menyebabkan pembengkakan, gerak kontraksi saluran lumen dan usus terhenti, peristaltik menurun sehingga terjadi konstipasi (Darmono, 1995).

2.3.2 Penggunaan Timbal

Universitas Sumatera Utara Dalam industri baterai, timbal digunakan sebagai grid yang merupakan alloy (suatu persenyawaan) dengan logam Bismut (Pb-Bi) dengan perbandingan 93:7 (Palar, 2004). Timbal oksida (PbO_4) dan logam timbal dalam industri baterai digunakan sebagai bahan yang aktif dalam

pengaliran arus elektron. Pb yang mengandung 1% b/b Stibium (Sb) banyak digunakan sebagai kabel telepon (Palar,1994).

2.3.3 Analisis Timbal (Pb) Pada Berbagai Jenis Makanan

Buah dan sayur merupakan sumber pangan yang mengandung banyak vitamin dan mineral yang secara langsung berperan meningkatkan kesehatan. Oleh karena itu, higienitas dan keamanan sayuran yang dikonsumsi menjadi sangat penting agar tidak menimbulkan gangguan kesehatan. Namun banyak jenis sayuran yang beredar di masyarakat tidak terjamin keamanannya karena diduga telah terkontaminasi logam-logam berat seperti timbal (Pb), kadmium (Cd), atau merkuri (Hg). Menurut Astawan (2005), logam-logam berat tersebut bila masuk ke dalam tubuh lewat makanan akan terakumulasi secara terus-menerus dan dalam jangka waktu lama dapat mengakibatkan gangguan sistem syaraf, kelumpuhan, dan kematian dini serta penurunan tingkat kecerdasan anak-anak.

Sumber kontaminasi logam berat ada dua, yaitu lewat pencemaran udara dan dari bahan makanan. Pencemaran lewat udara terutama berasal dari asap buangan kendaraan bermotor. Data yang dikeluarkan Badan Pengawasan Dampak Lingkungan (Bapedal) DKI tahun 1998, kadar timbal di udara Jakarta rata-rata telah mencapai 0,5 mg per meter kubik udara. Untuk kawasan tertentu, seperti terminal bus dan daerah padat lalu lintas, kadar timbal bisa mencapai 2-8 mg per meter kubik udara (Astawan, 2005).

Selain pada sayuran, logam berat dapat terakumulasi dalam jumlah yang cukup besar pada makanan seperti ikan, susu kental manis, krupuk gaplek, dan lain-lain. Kadar logam Pb dan Zn pada sampel susu kental manis kode KA berturut-turut sebesar 2,1326 mg/Kg; 0,1743 mg/Kg. Sampel KB sebesar 2,3717

mg/Kg; 2,156 mg/Kg. Sampel KC sebesar 2,8125 mg/Kg; 0,1743 mg/Kg. Sampel SD sebesar 2,3045 mg/Kg; 0,3989 mg/Kg. Sampel SE adalah 2,6481 mg/Kg; 0,1743 mg/Kg. Dan sampel SF sebesar 3,5072 mg/Kg; 0,1743 mg/Kg. Sedangkan konsentrasi Zn untuk semua sampel tidak terdesteksi (Aziz, 2007).

Penelusuran berbagai literatur membuktikan bahwa cemaran Pb terhadap daun teh kering hasil perkebunan teh di pinggir jalan raya di Cina, telah mencapai 2 ppm (Han dkk, 2006). Kemungkinan berbagai jenis sayuran dan buah-buahan ini tercemar oleh asap kendaraan bermotor yang mengandung logam timbal sangatlah besar, apalagi sayur-sayuran dan buah-buahan tersebut ditanam di pinggir jalan raya. Cemaran timbal pada daun dan batang selada, bayam merah dan genjer yang ditanam di pinggir jalan Pramuka Jakarta Pusat dan membuktikan bahwa terdapat cemaran timbal yang melewati batas aman seperti yang disyaratkan oleh Standar Nasional Indonesia 7387 - 2009 yaitu 0,63 mg/Kg. Hal ini tentu saja harus diwaspadai, karena cemaran timbal dapat mengurangi kualitas sayur-sayuran atau buah-buahan yang dikonsumsi dan akan berbahaya bagi kesehatan masyarakat apabila cemaran tersebut melewati batas toksiknya.

Hasil penelitian tentang pengujian timbal (Pb), tembaga (Cu), dan seng (Zn) pada susu sapi segar. Kandungan logam-logam tersebut tidak melebihi persyaratan SNI dengan kadar logam timbal yang diperoleh sebesar 0,3 mg/Kg, tembaga sebesar 20,0 mg/Kg, dan seng 0,5 mg/Kg (Baskara.*et.al.*, 2011). Sedangkan pada penelitian oleh Erawati (2003), dimana preparasi yang dilakukan menggunakan destruksi basah dengan berbagai variasi pelarut asam yaitu HNO₃ pekat, H₂SO₄ pekat dan aqua regia pada gaplek. Kadar logam timbal (Pb) tertinggi berturut-turut adalah pada pelarut aquaregia, HNO₃ pekat, dan H₂SO₄ pekat.

Kadar logam tembaga (Cu) tertinggi berturut-turut adalah pada pelarut HNO₃ pekat, H₂SO₄ pekat dan aquaregia. Sedangkan kadar logam seng (Zn) kadar logam tertinggi adalah aquaregia, HNO₃ pekat, dan H₂SO₄ pekat. Penelitian yang dilakukan oleh Dewi (2005) mengenai kadar logam timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dalam ikan. Dimana penelitian ini juga menggunakan variasi pelarut asam pendestruksi yaitu HNO₃, H₂SO₄ dan HCl. Berdasarkan ketiga pelarut asam tersebut kadar logam timbal dalam ikan yang dihasilkan terdapat perbedaan yang signifikan dan tidak ada perbedaan yang signifikan pada kadar logam tembaga dalam ikan. Batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) dalam *hard candy* sebesar 2,0 mg/Kg. Sedangkan kadar logam timbal (Pb) dalam kembang gula jenis lunak bukan jelly dan jelly sebesar 2,0 mg/Kg.

2.4 Analisis Pb Spektrofotometri Serapan Atom

Spektrofotometri serapan atom adalah suatu metode yang digunakan untuk mendeteksi atom-atom logam dalam fase gas. Metode ini seringkali mengandalkan nyala untuk mengubah logam dalam larutan sampel menjadi atom-atom logam berbentuk gas yang digunakan untuk analisis kuantitatif dari logam dalam sampel (Rohman, 2007).

Peristiwa serapan atom pertama kali diamati oleh Fraunhofer, ketika menelaah garis-garis hitam pada spektrum matahari. Sedangkan yang memanfaatkan prinsip serapan atom pada bidang analisis adalah seorang Australia bernama Alan Walsh di tahun 1955. Sebelumnya ahli kimia banyak tergantung pada cara-cara spektrofotometrik atau metode analisis spektrografik. Beberapa cara ini yang sulit dan memakan waktu, kemudian segera digantikan dengan

spektroskopi serapan atom atau atomic absorption spectroscopy (AAS) (Harris.D.C).

Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan Pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog,*et.al.*, 2000).

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

Proses yang terjadi ketika dilakukan analisis dengan menggunakan spektrofotometri atom dengan cara absorpsi yaitu penyerapan energi radiasi oleh atom-atom yang berada pada tingkat dasar. Atom-atom tersebut menyerap radiasi pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat atom tersebut. Sebagai contoh plumbum menyerap radiasi pada panjang gelombang 283,3 nm, kadmium pada 228,8 nm, magnesium pada 285,2 nm, natrium pada 589 nm, sementara kalium menyerap pada panjang gelombang 766,5 nm. Dengan menyerap energi, maka atom akan memperoleh energi sehingga suatu atom pada keadaan dasar dapat ditingkatkan menjadi ke tingkat eksitasi (Rohman, 2007).

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

Atom-atom keadaan dasar ini mampu menyerap energi cahaya yang panjang gelombang resonansinya khas untuknya, yang pada umumnya adalah panjang gelombang radiasi yang akan dipancarkan atom-atom itu bila tereksitasi dari keadaan dasar. Jadi jika cahaya dengan panjang gelombang resonansi itu dilewatkan nyala yang mengandung atom-atom yang bersangkutan, maka sebagian cahaya itu akan diserap, dan jauhnya penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom keadaan dasar yang berada dalam keadaan nyala. Inilah asas yang mendasari spektroskopi serapan atom (AAS). Metode AAS berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya (Mulja,J.C., 1991).

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

eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut (Khopkar, 1990).

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$A = -\log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon bc \dots\dots\dots(2.5)$$

Dimana:

I_0 = intensitas sumber sinar

I_t = intensitas sinar yang diteruskan

ϵ = absorbtivitas molar (mol/liter)

b = panjang medium atau tebal nyala (nm)

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

A = absorbansi

$$A = -\log \frac{I_0}{I_t} = -\log T \dots\dots\dots(2.6)$$

Dengan T = transmittan

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

Analisis kadar logam berat seperti Pb, Cu, dan Cd dapat dilakukan dengan metode *Atomic Absorbition Spectrophotometer* (AAS). Pemilihan metode spektrometri serapan atom karena mempunyai sensitifitas tinggi, mudah, murah, sederhana, cepat, dan cuplikan yang dibutuhkan sedikit (Supriyanto, dkk., 2007). Analisis menggunakan AAS juga lebih sensitif, spesifik untuk unsur yang ditentukan, dan dapat digunakan untuk penentuan kadar unsur yang konsentrasinya sangat kecil tanpa harus dipisahkan terlebih dahulu.

Panjang gelombang yang digunakan dalam analisis logam timbal (Pb) yaitu bervariasi, tergantung dari range kurva standar yang akan digunakan. Berdasarkan pemilihan panjang gelombang optimum (λ max) pada timbal (Pb) ditunjukkan pada tabel 2.1 berikut :

Tabel 2.1 Panjang gelombang (λ max) pada timbal (Pb)

Panjang Gelombang (nm)	Lebar Celah (nm)	Range Kerja Optimum (μg/mL)
217	1,0	0,1 – 30
283,3	0,5	0,5 – 50
261,4	0,5	5 – 800
202,2	0,5	7 – 1000
205,3	0,5	50 – 8000

Secara eksperimental akan diperoleh puncak-puncak serapan sinar oleh atom-atom yang dianalisis. Garis-garis spektrum serapan atom yang timbul karena serapan sinar yang menyebabkan eksitasi atom dari keadaan azas ke salah satu

tingkat energy yang lebih tinggi disebut garis-garis resonansi (Resonance line). Garis-garis ini akan dibaca dalam bentuk angka oleh Readout (Rohman, 2007).

Metode spektrofotometri serapan atom berdasarkan pada prinsip absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unturnya (Rohman, 2007).

Adapun instrumentasi spektrofotometer serapan atom adalah sebagai berikut:

a. Sumber Radiasi

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

b. Tempat Sampel

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

1. Dengan nyala (Flame)

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

Pemilihan macam bahan pembakar dan gas pengoksidasi serta komposisi perbandingannya sangat mempengaruhi suhu nyala. Pada umumnya nyala dari gas asetilen-nitro oksida menunjukkan emisi latar belakang yang kuat. Efek emisi nyala dapat dikurangi dengan menggunakan keeping pemotong radiasi (Rohman, 2007).

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

Tabel 2.2 Nyala Penetapan Unsur Pb

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

2. Tanpa nyala (Flameless)

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

c. Monokromator

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

d. Detektor

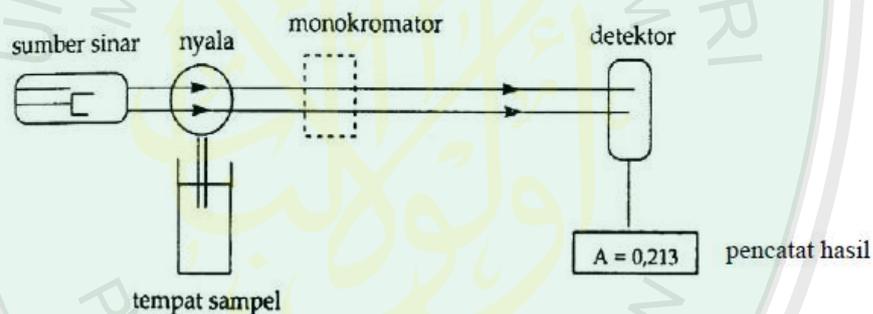
Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan (Rohman, 2007).

e. Amplifier

Amplifier merupakan suatu alat untuk memperkuat signal yang diterima dari detector sehingga dapat dibaca alat pencatat hasil (Readout) (Rohman, 2007).

f. Readout

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



Gambar 2.2 Komponen Spektrofotometer Serapan Atom

2.5 Metode Destruksi

Penentuan kandungan mineral dalam bahan makanan dapat dilakukan dengan metode pengabuan 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, 2009).

Adapun reaksi antara logam timbal (Pb) dengan beberapa zat pengoksidasi, seperti reaksi logam timbal (Pb) dengan HNO₃ berikut ini (Wulandari dan Sukei, 2013):



Fungsi HNO₃ dalam reaksi tersebut sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO₃, sehingga logam timbal (Pb) dapat teroksidasi oleh HNO₃.

Pada beberapa penelitian memang menggunakan zat pengoksidasi campuran, seperti HNO₃ + HClO₄ (5:1). Fungsi penambahan HClO₄ sebagai oksidator, sehingga dapat memutuskan logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel. Adapun reaksi yang terjadi antara asam Perklorat dengan senyawa organik, sebagaimana berikut (Sukei, 2013):



Selama proses destruksi terdapat gelembung-gelembung kecil berisi gas berwarna kecoklatan, gas ini adalah NO₂ (hasil samping destruksi menggunakan asam nitrat). Penggunaan HNO₃ sebagai agen pengoksidasi dapat menimbulkan gas berwarna kecoklatan selama pemanasan berlangsung. Adanya gas ini mengindikasikan bahwa bahan organik telah dioksidasi secara sempurna oleh asam nitrat. Gas NO₂ yang dihasilkan dalam proses destruksi saat bereaksi dengan oksigen di udara akan membentuk gas NO₂ seperti reaksi dibawah ini:



Bahan organik seperti Pb-(CH₂O)_x didekomposisi (oksidasi) oleh asam nitrat menghasilkan CO_{2(g)} dan NO_{x(g)}. Gas ini dapat meningkatkan tekanan

didalam vessel tertutup ketika bahan organik didekomposisi. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, unsur yang diteliti terlepas dari ikatannya dengan bahan organik, kemudian diubah kedalam bentuk garamnya menjadi logam $(NO_3)_x$ yang mudah larut dalam air. Gas NO dihasilkan selama oksidasi bahan organik oleh asam nitrat, kemudian gas NO yang diuapkan dari larutan bereaksi dengan oksigen menghasilkan gas NO_2 , gas ini diserap kembali dilarutan. Kemudian, terjadi reaksi menyebabkan pembentukan NO_3 dan NO.

2.5.1 Dekstruksi Basah Terbuka

Dekstruksi basah yaitu pemanasan sampel (organik atau biologis) dengan adanya pengoksidasi kuat seperti asam-asam mineral baik tunggal maupun campuran. Jika dalam sampel dimasukkan zat pengoksidasi, lalu dipanaskan pada temperatur yang cukup tinggi dan jika pemanasan dilakukan secara kontinu pada waktu yang cukup lama, maka sampel akan teroksidasi sempurna sehingga meninggalkan berbagai elemen-elemen pada larutan asam dalam bentuk senyawa anorganik yang sesuai untuk dianalisis (Anderson, 1987).

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).

Dekstruksi basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendekstruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud mengurangi kehilangan mineral akibat penguapan. Pada tahap selanjutnya, proses seringkali berlangsung sangat cepat akibat pengaruh asam perklorat atau hidrat peroksida. Dekstruksi basah pada umumnya digunakan untuk menganalisa arsen, tembaga, timah hitam, timah putih, dan seng.

Ada dua macam cara kerja dekstruksi basah, yaitu :

1. Dekstruksi basah menggunakan HNO_3 .
2. Dekstruksi basah menggunakan HNO_3 dan HClO_4

Dalam penelitian Indrajati Kohar, dkk. (2005) mengenai studi kandungan logam Pb dalam batang dan daun kangkung dengan metode destruksi basah menggunakan pengoksidasi HClO_4 dan HNO_3 . Metode destruksi basah dalam penelitian ini dilakukan dengan menimbang 1 gram sampel serbuk halus dari akar dan seluruh bagian tanaman tanpa akar dalam krus porselin, kemudian ditambahkan 10 mL HNO_3 pekat dan 3 mL larutan HClO_4 60%, lalu dipanaskan di atas *hotplate* pada suhu 100 – 120°C sampai buih habis, dan HNO_3 hampir mengering, lalu didinginkan. Hasil destruksi ditambah 5,0 mL larutan Pb 200 mg/L (standar adisi) dan larutan HNO_3 2%, dan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur serta ditambahkan larutan HNO_3 2% sampai volumenya menjadi

100,0 mL, dikocok homogen dan disaring. Kadar Pb diamati dengan ICP-MS pada panjang gelombang 283,3 nm.

2.5.2 Destruksi Basah Tertutup

Menurut Darmono (1995) metode analisis logam dalam makanan dengan menggunakan refluks dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu destruksi yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri air, sampel didestruksi menggunakan zat pengoksidasi dan dipanaskan pada temperatur 120°C. Kondensor disambungkan kemudian dialiri air mengalir yang berfungsi sebagai pendingin, sehingga uap yang keluar dari tabung akan kembali mengembun masuk kembali ke dalam tabung. Destruksi dilakukan selama 4 jam, kemudian didinginkan dan disaring.

Destruksi sampel menggunakan alat refluks dilakukan dengan cara menambahkan 20 ml asam nitrat p.a ke dalam 5 g sampel dan dipanaskan selama tiga jam. Ditambah 5 ml asam peroksida dan dipanaskan kembali selama satu jam. Hasil percobaan menunjukkan bahwa % *recovery* sebesar 70 %. Namun metode ini masih bisa digunakan dalam penentuan kadar merkuri (Hg) dalam ikan maupun kerang (Bortolli dkk, 1995).

2.6 Metode Kurva Standar

Metode kurva standar diawali dengan pembuatan seri larutan standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi yang diukur dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), yang kemudian diperoleh grafik hubungan antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A), yang merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = b, konsentrasi larutan sampel diukur dan diinterpolasi ke dalam kurva

standar atau dimasukkan dengan persamaan regresi linier pada kurva standar (Syahputra, 2004).

Metode kurva standar dapat dilakukan dengan pembacaan ulangan (*recall*) untuk sampel selanjutnya terhadap kurva terdahulu, sehingga waktu yang digunakan lebih efektif dan efisien. Metode kurva standar bisa digunakan untuk menggantikan metode adisi standar untuk menganalisis timbal (Pb) dalam sampel walaupun secara performa analitik metode adisi standar lebih sensitif dari pada kurva standar, namun metode adisi standar membutuhkan waktu pengerjaan yang lama. Keadaan ini disebabkan ketika akan menganalisis sebuah sampel maka harus membuat kurva terlebih dahulu. Kelebihan dari kurva standar ketika banyak sampel yang akan dianalisis dengan waktu pengerjaannya membutuhkan waktu relatif singkat, sehingga kurva standar ini bisa digunakan sebagai alternatif metode dengan syarat zat pengoksidasi harus cocok dan sesuai dengan kondisi sampel yang akan dianalisis (Nuraini, 2011).

2.7 Uji Two Way Anova

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

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

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

Nilai % *recovery* yang lebih besar dari 100% atau hasil pengukuran lebih besar dari konsentrasi sebenarnya dapat disebabkan oleh beberapa faktor. Faktor pertama adalah ketidakpastian. Penyebab ketidakpastian dalam penelitian kurva standar ini adalah adanya ketidakpastian dalam kalibrasi baik dalam penggunaan alat maupun dalam pembacaan skala. Selain itu faktor temperatur juga ikut berperan dalam kesalahan kalibrasi sehingga menyebabkan adanya ketidakpastian baku.

Faktor-faktor yang mempengaruhi ketidaktepatan dan ketidaktelitian dalam pengukuran adalah:

1. Penimbangan yang tidak benar, demikian juga pemindahan analit dan baku yang tidak sesuai.
2. Ekstraksi analit dari suatu matriks yang tidak efisien.
3. Penggunaan buret, pipet, dan labu takar yang tidak benar.
4. Pengukuran menggunakan alat yang tidak terkalibrasi.
5. Kegagalan dalam melakukan analisis blanko.
6. Pemilihan kondisi pengukuran yang menyebabkan kerusakan analit.

7. Kegagalan untuk menghilangkan gangguan oleh bahan tambahan dalam pengukuran analit.

2.8 Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam

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

Makanan merupakan salah satu kebutuhan pokok manusia yang berfungsi menjaga keseimbangan proses metabolisme dalam tubuh. Dewasa ini, pemenuhan hasrat makanan cepat saji dan tahan lama dapat dihasilkan dengan mudah menggunakan bahan dasar dan bahan tambahan tanpa memperhatikan kualitas dan dampak kesehatan bagi konsumennya. Kualitas makanan yang dikonsumsi dapat berpengaruh terhadap kualitas hidup dan perilaku makhluk hidup itu sendiri. Oleh karena itu, setiap makhluk hidup harus berusaha untuk mendapatkan makanan yang halal dan baik, seperti dinyatakan dalam Firman Allah SWT dalam Surat Al Baqarah: 168.

يَأْتِيهَا النَّاسُ كُلُّوْا مِمَّا فِي الْأَرْضِ حَلٰلًا طَيِّبًا وَلَا تَتَّبِعُوْا خُطُوٰتِ الشَّيْطٰنِ ۗ إِنَّهُ لَكُمْ عَدُوٌّ

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.”*

Makanan yang halal dan baik boleh dikonsumsi oleh manusia, walaupun ada juga makanan yang halal dikonsumsi, namun tidak baik bagi tubuh atau bagi kesehatan kita. Jadi, makanan baik yang dimaksud adalah baik bagi tubuh dan tidak mengganggu kesehatan. Pada dasarnya sumber makanan yang berasal dari tumbuhan itu halal, selama tidak membahayakan bagi manusia, kecuali tumbuhan yang beracun dan memabukkan, seperti ganja, kecubung, khat, dan sejenisnya. Makanan atau minuman olahan dari tumbuhan, jika membahayakan dan memabukkan bagi tubuh manusia, maka tidak boleh dikonsumsi (Qardhawi, 2000).

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

Buah Apel merupakan salah satu produk hasil pertanian yang melalui beberapa proses saat pengantaran. Proses pengantaran tersebut terkadang terkontaminasi dari berbagai zat atau senyawa yang ikut masuk di dalam prosesnya, baik dari bahan utamanya maupun dari pengemas yang digunakan, sehingga dapat menyebabkan terjadinya cemaran dalam makanan itu sendiri seperti bakteri, logam berat ataupun zat lainnya yang dapat membahayakan tubuh.

Makanan seperti ini menurut Islam tidak dapat digolongkan menjadi makanan yang baik.

Menurut seorang Futurolog kelahiran Amerika bernama John Naisbit, pada era “*global lifestyle*” yang serba teknologi, aneka macam olahan makanan mengalami perkembangan sangat dahsyat, sehingga industri pangan Indonesia harus dapat meningkatkan daya saing produk pangan yang dihasilkannya melalui jaminan pangan halal dan baik. Pangan yang baik berkaitan dengan jaminan bahwa pangan yang diproduksinya bergizi, enak, warnanya menarik, teksturnya baik, bersih, bebas dari hal-hal yang dapat membahayakan tubuh seperti kandungan mikroorganisme patogen, komponen fisik, biologis, dan zat kimia berbahaya (Anwar, 2007).

Logam timbal (Pb) jika dalam dikonsumsi sesuai dengan yang dianjurkan atau tidak melebihi ambang batas yang ditetapkan oleh SNI, maka tidak akan memberikan dampak buruk bagi tubuh, sebaliknya apabila logam timbal (Pb) tersebut dikonsumsi secara berlebihan dapat mengakibatkan penumpukan logam timbal (Pb) didalam tubuh sehingga terakumulasi dan menimbulkan berbagai penyakit hingga kematian. Keseimbangan dalam mengkonsumsi makanan ataupun minuman yang sesuai dengan kebutuhan tubuh manusia, yaitu tidak terlalu berlebihan dan tidak melampaui batas harus diperhatikan. Keamanan pangan ini dijamin dalam firman Allah SWT pada surat al A'raaf ayat 31.

﴿ يٰٓاٰدَمُ خُذُوْا زِيْنَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَشَرِبُوْا وَّلَا تُسْرِفُوْا ۗ اِنَّهٗ لَا يُحِبُّ

الْمُسْرِفِيْنَ ﴿۳۱﴾

Artinya : Hai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah di Setiap (memasuki) mesjid, makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan (al A'raaf : 31).

Menurut tafsir Ibn katsir ayat di atas menganjurkan manusia agar tidak boleh makan atau minum secara berlebihan, dengan maksud tidak melampaui batas yang dibutuhkan oleh tubuh dan sesuai dengan perintah Allah SWT.



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret-Mei 2016 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Kimia Instrumen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang Jalan Gajayana 50 Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain timbangan analitik, pipet tetes, labu ukur 10 mL, 20 mL dan labu ukur 250 mL, botol aquades, pipet ukur 25 mL, bola hisap, beaker glass 100 mL, corong gelas, cawan porselen, mortar, pengaduk, gelas arloji, sendok takar, gelas ukur 10 mL dan 25 mL, wadah botol gelas dan tutup plastik, pipet tetes, botol kaca bertutup plastik, hot plate, seperangkat alat refluks, seperangkat instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dan lemari asam.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah apel *granny smith*, apel manalagi, asam nitrat pekat (HNO_3 p.a.) 65%, HNO_3 teknis, asam perklorat (HClO_4 p.a.), larutan stok $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm merk E-Merck, kertas saring whatman 42, aquades, dan aquabides.

3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah *Experimental Laboratory* untuk mengetahui performa analitik dan pengaruh variasi larutan pendestruksi dan lama penyimpanan sampel dalam analisis timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom dengan Metode Destruksi Basah untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam buah apel. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut: analisis penentuan asam oksidator atau variasi pelarutnya serta waktu kestabilan timbal (Pb) dalam larutan. Selanjutnya pembuatan larutan induk timbal dengan dilarutkan dengan asam nitrat pekat dan diencerkan dengan *Aquabides*. Selanjutnya dibuat kurva standar dengan larutan induk dipipet 0,1 mL; 0,2 mL; 0,4 mL; 0,8 mL dan 1,4 mL dan diencerkan dengan aquademineral dan kemudian diuji dengan SSA pada panjang gelombang 217 nm.

Langkah selanjutnya preparasi sampel campuran dengan mengambil dan menimbang setiap sampel spesies A dan B kemudian dicampur kedua sampel tersebut. Selanjutnya menentukan oksidator terbaik dengan menggunakan destruksi basah variasi pelarut HNO_3 dan HClO_4 dengan cara menimbang 1 gram sampel campuran yang kemudian ditambah 15 mL HNO_3 dan dipanaskan. diamati apakah sudah jernih ataukah belum, jika masih keruh maka ditambahkan dengan HNO_3 kembali. Disaring dan diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M dan ditentukan konsentrasi Pb dengan menggunakan SSA. Langkah terakhir adalah analisa kadar logam Pb dalam buah apel dengan menggunakan larutan pendestruksi dan waktu kestabilan yang terbaik dengan cara menimbang 1 gram sampel buah apel dengan jenis yang berbeda yang kemudian ditambahkan dengan larutan komposisi pendestruksi terbaik. Selanjutnya dipanaskan diatas hotplate dengan suhu 100°C sampai larutan jernih. Disaring dan diencerkan sebanyak satu

kali dengan menggunakan HNO_3 0,5M dan simpan dalam botol berukuran 500 mL yang bertutup plastik yang kemudian larutan tersebut dianalisis dengan alat SSA pada panjang gelombang 217 nm.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini sebagaimana berikut:

1. Pemilihan dan preparasi sampel
2. Pengaturan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)
3. Pembuatan kurva standar timbal (Pb)
4. Preparasi sampel menggunakan variasi metode destruksi
5. Penentuan zat pengoksidasi terbaik pada timbal (Pb) dalam sampel apel manalagi dan sampel apel *granny smith*
6. Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel apel manalagi dan sampel apel *granny smith* dengan destruksi basah terbuka dan tertutup
7. Analisis data

3.5 Metode Penelitian

3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini, sampel yang digunakan adalah sampel produk buah apel sebanyak 2 macam sampel dengan varian spesies 1 buah apel lokal (Manalagi) dan 1 buah apel impor (*Granny Smith*). Proses pembuatan sampel yakni dengan menghaluskan semua bagian apel pada tiap-tiap spesies. Setelah itu dicatat berat masing-masing sampel buah apel. Setelah halus dan tercampur sempurna, maka buah apel yang homogen siap untuk digunakan analisis

penentuan asam oksidator atau variasi pelarutnya serta waktu kestabilan timbal (Pb) dalam larutan. Sampel ini merupakan buah apel yang akan digunakan untuk analisis. Kemudian dilakukan 3 kali ulangan.

3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Logam Pb

Sederetan larutan standar timbal (Pb) dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 pada kondisi sebagai berikut : alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 meliputi panjang gelombang pada 217 nm, laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju alir udara pada 10,0 L/menit, lebar celah pada 1,0 nm, kuat arus HCl 10,0 μ A, tinggi burner 2,0 mm (Khopkar, 1990).

3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Pb

Larutan stock timbal (Pb) 1000 mg/L dibuat dari larutan dengan E-merk. Larutan timbal (Pb) 10 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 mL larutan stock 1000 mg/L kedalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

Sederet larutan standar timbal (Pb) tersebut selanjutnya dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 pada kondisi optimum sehingga diperoleh data absorbansi (Rohman, 2007).

3.5.4 Penentuan Kadar Pb Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah Terbuka dan Tertutup

3.5.4.1 Penentuan Pb Terbaik Menggunakan Destruksi Basah Terbuka dan Tertutup Variasi Pelarut

Perlakuan destruksi basah terbuka yakni ditimbang 1 gram sampel campuran apel, lalu semuanya dimasukkan kedalam gelas beaker ukuran 100 mL, lalu ditambahkan dengan 15 mL HNO₃ p.a. dan HClO₄ sesuai tabel 3.1. Kemudian, dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 100°C hingga berubah warna menjadi bening. Apabila larutan sudah berwarna bening, maka didinginkan sampai suhu kamar. Larutan disaring dengan menggunakan kertas Whatman 42. Dimasukkan larutan hasil destruksi ke dalam labu takar 10 mL dan diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas. Diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Perlakuan destruksi basah tertutup yakni ditimbang sebanyak 1 gram sampel campuran apel, kemudian ditambahkan dengan 15 mL HNO₃ p.a dan HClO₄ sesuai tabel 3.1 di dalam refluks. Larutan dipanaskan dengan suhu 100°C selama 3 jam diatas *hot plate*. Larutan hasil refluks didinginkan sampai suhu kamar. Larutan disaring dengan kertas Whatman 42. Dimasukkan larutan ke dalam labu takar 20 mL dan diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas. Diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) (Evans dkk, 2011).

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

Tabel 3.1 Tabel Volume Perbandingan Zat Pendestruksi

Metode	Larutan		Perbandingan	Larutan Pengencer
	HClO ₄ (mL)	HNO ₃ (mL)		
Destruksi	7,5	7,5	1:1	HNO ₃ 0,5M
Basah	3,75	11,25	1:3	HNO ₃ 0,5M

Terbuka	2,5	12,5	1:5	HNO ₃ 0,5M
	1,66	13,33	1:8	HNO ₃ 0,5M
	-	15	-	HNO ₃ 0,5M
Destruksi	7,5	7,5	1:1	HNO ₃ 0,5M
Basah	3,75	11,25	1:3	HNO ₃ 0,5M
Tertutup	2,5	12,5	1:5	HNO ₃ 0,5M
	1,66	13,33	1:8	HNO ₃ 0,5M
	-	15	-	HNO ₃ 0,5M

Pada Tabel 3.1, kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji varian *Two Way Anova* untuk mengetahui apakah penggunaan variasi larutan asam pendestruksi dalam metode destruksi basah mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi terukur dengan instrument SSA.

3.5.4.2 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sampel Apel dengan Spesies Berbeda

Prosedur penelitian ini diambil sebanyak 1 gram sampel apel dari masing-masing spesies A dan B, yang kemudian dianalisis dengan menggunakan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik yang telah diperoleh pada tahap penelitian sebelumnya. Dilakukan uji kadar timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali dari masing-masing spesies.

Tabel 3.2 Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)

Sampel Apel	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
	Destruksi Basah Tertutup		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Spesies A			
Spesies B			

3.6 Analisa Data

Analisis berlanjut menggunakan metode uji varian *Two Way Anova* untuk mengetahui apakah penggunaan variasi larutan asam pendestruksi dalam metode destruksi basah mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi terukur dengan instrument SSA.

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

$$y = bx + a$$

Dimana:

$$y = \text{Absorbansi Sampel} \qquad b = \text{Slope}$$

$$x = \text{Konsentrasi Sampel} \qquad a = \text{Intersep}$$

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

$$\text{Kadar Pb} = \frac{F_p \times b}{W} \dots \dots \dots (3.1)$$

Dimana: F_p = Faktor Pengenceran (L)

b = Kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

W = Berat contoh (gr)



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang berjudul penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam apel menggunakan variasi metode destruksi basah secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) ini dilakukan dengan beberapa tahapan seperti: pemilihan dan preparasi sampel, pengaturan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), pembuatan kurva standar timbal (Pb), preparasi sampel menggunakan variasi metode destruksi, penentuan zat pengoksidasi terbaik pada timbal (Pb) dalam sampel buah apel, penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel buah apel dengan spesies berbeda, dan analisis data yang diperoleh dari hasil penelitian.

4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah buah apel. Metode pengambilan sampel dilakukan secara *random non probability*, yakni pemilihan sampel yang didasarkan pada pertimbangan-pertimbangan *non-random*, seperti kesesuaian sampel dengan kriteria yang dirumuskan peneliti sesuai dengan batasan dan tujuan penelitian. Apel yang digunakan adalah jenis apel manalagi dan apel *granny smith*. Alasan pemilihan apel ini karena lebih sering dikonsumsi oleh masyarakat dan mudah ditemukan di segala musim daripada jenis buah yang lainnya dan juga karena buah apel memiliki kemanfaatan untuk tubuh yakni memiliki banyak antioksidan dan banyak vitamin. Antioksidan dan vitamin dalam buah-buahan memiliki manfaat yakni salah satunya menangkal radikal bebas oleh matahari dan udara bebas. Kandungan logam Pb banyak terdapat dalam udara

bebas terutama berasal kendaraan bermotor, hal ini dapat menyebabkan tercemarnya buah yang mengandung antioksidan tercemar dengan logam. Selain itu pemilihan sampel apel yang digunakan yakni dipasarkan melalui proses pengantaran. Proses pengantaran tersebut dimungkinkan pada udara memiliki logam-logam berat sehingga dimungkinkan adanya migrasi logam dari udara ke dalam sampel apel.

Preparasi sampel (Gambar 4.1) dilakukan dengan dicampur dan ditumbuk halus apel segar menggunakan mortar. Tujuan pencampuran untuk mengetahui kadar timbal (Pb) secara umum dari apel yang beredar di pasaran, sedangkan proses penumbukan bertujuan untuk memperbesar luas permukaan sampel sehingga dapat mempercepat proses destruksi logam timbal (Pb). Sampel tersebut selanjutnya disimpan dalam wadah tertutup untuk menjaga dari kontaminasi bahan-bahan lainnya. Sampel yang telah dipreparasi akan digunakan untuk penentuan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik dalam analisis kadar timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).



Gambar 4.1 Preparasi Sampel Apel

4.2 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Penetapan kadar logam timbal (Pb) dalam buah apel dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), karena waktu pengerjaan yang cepat, sensitif, dan sangat spesifik untuk logam-logam yang akan dianalisis. Pengaturan alat bertujuan agar diperoleh populasi atom pada tingkat dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas, sehingga berubah ke dalam keadaan tereksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar maka radiasi yang diserap makin banyak pula, sehingga akan diperoleh serapan yang maksimal.

Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom akan menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, bergantung pada sifat unsurnya. Logam timbal (Pb) akan menyerap pada panjang gelombang 217 nm, yang merupakan panjang gelombang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik atom timbal (Pb) sehingga menghasilkan garis spektrum yang tajam dengan intensitas yang maksimum.

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

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



Optimasi alat bertujuan mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan respon terbaik. Optimasi Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dilakukan dengan memvariasikan nilai parameter dari alat tersebut. Kondisi optimum analisis suatu unsur diperoleh dengan mengukur serapan maksimum unsur tersebut pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir asetilen dan tinggi pembakar.

Tabel 4.1 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal (Pb)

Parameter	Satuan	Timbal (Pb)
Panjang gelombang	Nm	217
Laju alir Asetilen	L/menit	2,0
Laju Alir Udara	L/menit	10,0
Kuat Arus HCL	μA	10,0
Lebar Celah	Nm	1,0
Tinggi Burner	Nm	2,0

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

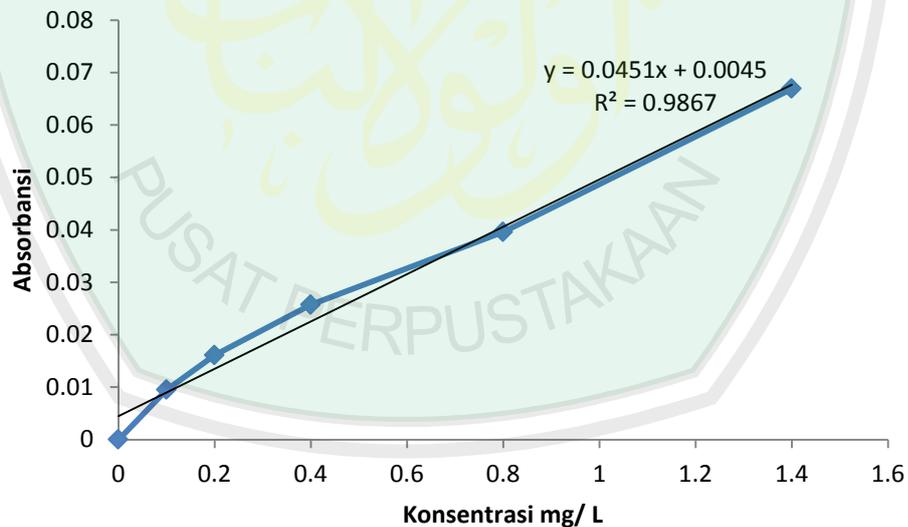
4.3 Pembuatan Kurva Standart Timbal (Pb)

Kurva standart merupakan kurva yang dibuat dari sederetan larutan standar yang masih dalam batas linieritas sehingga dapat diregresiliniernkan (Rohman, 2007). Pembuatan kurva standart bertujuan mengetahui hubungan antara konsentrasi larutan dengan nilai absorbansinya sehingga konsentrasi sampel dapat diketahui. Pembuatan larutan standart diawali dengan membuat larutan standart timbal (Pb) 10 mg/L dengan cara memindahkan 1 mL larutan stock 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Pembuatan dilanjutkan membuat larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

Kurva standart menyatakan hubungan antara berkas radiasi sinar yang diabsorpsi, absorbansi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui konsentrasinya. Berdasarkan hukum Lambert-Beer

absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasinya. Artinya, apabila konsentrasi tinggi maka nilai absorbansi juga tinggi, begitupun sebaliknya jika konsentrasi rendah maka absorbansinya juga rendah.

Kurva standart dibuat berdasarkan hukum Lambert-Beer, sehingga dari perhitungan regresi linier yaitu $y = ax + b$, dapat ditarik garis lurus. Keabsahan kurva kalibrasi yang dihasilkan dapat diuji dengan menentukan harga koefisien korelasi (r^2) yang menyatakan ukuran kesempurnaan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansinya yang dinyatakan dalam suatu garis lurus. Metode ini dapat menggambarkan kemampuan suatu alat untuk memperoleh hasil pengujian yang sebanding dengan kadar analitik alat tersebut dalam sampel uji pada rentang konsentrasi tertentu (Arifin, 2006). Kurva kalibrasi larutan standar logam timbal (Pb) dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb)

Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula absorbansi, sehingga persamaan dari kurva standar logam timbal (Pb) didapatkan persamaan linear $y = 0,0451x + 0,0045$, dimana y adalah

absorbansi, b adalah slope, x adalah konsentrasi, sedangkan a adalah intersep. Uji linieritas merupakan metode untuk membuktikan hubungan linier antara konsentrasi analit yang sebenarnya dengan respon alat. Hubungan linearitas antara absorbansi dengan konsentrasi analit dapat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (r). Model persamaan regresi linier yang terbentuk dari gambar 4.1 diatas adalah: $y = 0,0451x + 0,0045$, dengan nilai linearitas $R^2 = 0,9867$. Hasil ini sesuai dengan *Hukum Lambert – Beer* karena nilai linearitas yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan, yakni $R^2 > 0,98$, artinya alat instrument Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A).

Sensitivitas yang diperoleh dari pembuatan kurva standar timbal (Pb) ditunjukkan dengan nilai *slope* (kemiringan) sebesar 0,0451. Nilai tersebut menunjukkan setiap perubahan konsentrasi (sumbu x) akan memberikan perubahan terhadap nilai absorbansi (sumbu y) sebesar 0,0451.

Batas deteksi (LOD) adalah parameter uji batas dengan jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat terdeteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko (Harmita, 2004). Nilai LOD yang diperoleh dari pembuatan kurva standar Pb adalah 0,0030 ppm, artinya apabila konsentrasi timbal (Pb) yang terukur dalam instrument $> 0,0030$ ppm, maka dapat dipastikan bahwa sinyal tersebut berasal dari logam timbal (Pb). Sebaliknya, apabila konsentrasi timbal (Pb) yang terukur dalam instrument berada dibawah

limit deteksi, maka sinyal yang ditangkap oleh alat sepenuhnya berasal dari pengganggu (*noise*).

Parameter uji lainnya adalah nilai batas kuantitasi (LOQ) yang merupakan konsentrasi atau jumlah terendah dari analit yang masih dapat ditentukan sehingga memenuhi kriteria akurasi dan presisi, dengan arti lain LOQ menunjukkan batas rentang kerja yang harus dicapai dalam suatu pengukuran. Nilai uji linearitas pada rentang 0,10 mg/L sampai 1,40 mg/L dalam kurva kalibrasi menunjukkan hasil yang linier, namun pengukuran harus mencapai limit kuantitasi agar lebih akurat. Nilai LOQ yang diperoleh pada pembuatan kurva standar timbal (Pb) sebesar 0,0102 ppm, yang menunjukkan bahwa alat memiliki akurasi yang tinggi karena konsentrasi larutan standart lebih besar dari nilai LOQ.

Penentuan nilai akurasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui keakuratan suatu metode yang digunakan dalam analisis. Priyambodo (2011) dalam Diana (2012) menyatakan syarat nilai akurasi yang baik untuk sampel berada pada rentang 98%-102%. Nilai akurasi dari kurva standart timbal (Pb) yang dinyatakan dalam % *recovery* untuk konsentrasi 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,8 ppm; dan 1,4 ppm secara berturut-turut adalah 110,86%; 128,6%; 117,515%; 97,28%; dan 98,8%. Dari persyaratan tersebut ada sebuah data yang tidak masuk rentang 98%-102%, hal ini dapat disebabkan karena adanya pengaruh atau gangguan dari interferen-interferen yang ada dalam larutan standar yang dapat mempengaruhi pembacaan absorbansi dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

4.4 Preparasi Sampel Menggunakan Variasi Metode Destruksi

Salah satu cara analisis logam dengan menggunakan Spektrometri Serapan Atom (SSA) adalah destruksi. Fungsi destruksi tersebut untuk memutus ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Variasi metode destruksi dalam penelitian ini bertujuan untuk menentukan metode yang paling efektif dalam analisis logam timbal (Pb) dalam apel. Penentuan zat pengoksidasi terbaik dilihat dari kadar terukur yang mempunyai nilai konsentrasi tertinggi dari lima variasi zat pengoksidasi yang digunakan. Zat pengoksidasi akan lebih mudah mengabsorpsi sampel serta memutuskan ikatan-ikatan senyawa organik yang terdapat dalam sampel sehingga membentuk senyawa garam. Penelitian kali ini menggunakan dua metode destruksi, yakni destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup. Masing-masing metode juga menggunakan lima variasi zat pengoksidasi sebagai agen pendestruksinya, yakni HNO_3 , $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1).

4.4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Destruksi basah merupakan jenis metode destruksi terbuka yang umum digunakan dalam analisis logam. Perbedaan mendasar dari kedua metode tersebut adalah proses pemutusan atau perombakan zat organik dalam sampel. Destruksi basah menggunakan bantuan zat pengoksidasi dan pemanasan pada suhu tertentu. Kelebihan lain dari metode destruksi basah ini karena pengerjaannya lebih sederhana, oksidasi terjadi secara kontinyu dan cepat, serta unsur-unsur yang diperoleh mudah larut sehingga dapat ditentukan dengan metode analisa tertentu.

Zat pengoksidasi yang digunakan dalam metode destruksi basah ini adalah asam nitrat dan asam perklorat, dengan variasi sebagai berikut HNO_3 , $\text{HNO}_3 +$

HClO₄ (1:1), HNO₃ + HClO₄ (3:1), HNO₃ + HClO₄ (5:1), HNO₃ + HClO₄ (8:1).

Tujuan dari variasi zat pengoksidasi ini untuk menentukan larutan asam pengoksidasi yang paling efektif untuk menganalisis kadar logam timbal (Pb) pada buah apel sehingga diperoleh kadar yang maksimal.

Sampel ditambahkan dengan jenis variasi zat pengoksidasi yang telah ditentukan yaitu HNO₃, HNO₃ + HClO₄ (1:1), HNO₃ + HClO₄ (3:1), HNO₃ + HClO₄ (5:1), HNO₃ + HClO₄ (8:1). Selanjutnya sampel didestruksi di atas *hot plate* pada suhu 100°C sampai larutan berkurang setengahnya dan dihasilkan larutan yang berwarna bening. Pemanasan dilakukan untuk mempercepat proses pemutusan ikatan senyawa kompleks antara logam timbal (Pb) dengan senyawa organik yang terdapat pada buah apel tersebut. Proses pemanasan dilakukan pada suhu 100°C, di bawah titik didih asam nitrat 121°C untuk mencegah penguapan yang terlalu banyak pada saat proses destruksi. Selama pemanasan, sampel diaduk dengan pengaduk gelas agar sampel mudah larut dan memaksimalkan hasil destruksi.

Proses destruksi diakhiri setelah didapatkan larutan yang bening, selanjutnya sampel diencerkan menggunakan HNO₃ 0,5 M ke dalam labu ukur 10 mL. Pengenceran dilakukan pada konsentrasi tertentu sebab larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar sehingga didapatkan kondisi yang ideal untuk analisis (Rohman, 2007). Pengenceran bertujuan untuk mendapatkan volume larutan yang presisi dan menghindari adanya bahaya pada instrumen yang diakibatkan oleh larutan hasil destruksi yang masih pekat. Larutan hasil destruksi selanjutnya dianalisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan metode kurva standar yang dapat digunakan kembali untuk

menganalisis sampel selanjutnya (*recall*), sehingga dapat dibandingkan hasil pembacaan suatu kurva terhadap kedua zat pengoksidasi tersebut dengan ditinjau dari kestabilan data hasil destruksinya.

4.4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup

Destruksi refluks memiliki prinsip perombakan senyawa organik dalam sampel yang hampir sama dengan destruksi basah, hanya saja sistem komponennya menggunakan sistem tertutup. Proses destruksi refluks juga dilakukan perlakuan yang sama dengan destruksi basah. Kelebihan dari metode ini, yakni meminimalisir kehilangan analit berupa logam yang volatil, sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi.

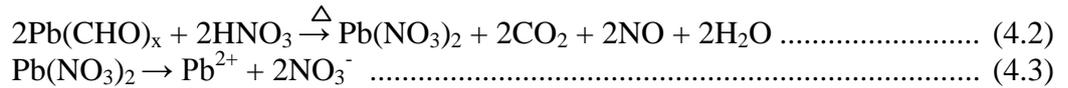
Perubahan warna larutan dari coklat menjadi kuning jernih terjadi saat proses destruksi berlangsung. Gelembung gas NO_2 disekitar labu alas bulat yang keluar mengindikasikan adanya proses oksidasi sampel yang disebabkan oleh pemanasan. Sistem dalam labu alas bulat mengalami reaksi eksotermis dimana sistem melepaskan kalor ke lingkungannya. Kalor yang terlepas akan diterima dan didinginkan oleh kondesor. Sistem dalam kondesor tersebut mengalami reaksi endotermis, dimana sistem menerima kalor dari lingkungannya.

Proses destruksi dihentikan apabila diperoleh larutan yang jernih, yang mengindikasikan bahwa ikatan logam pada sampel telah terputus, sehingga diperoleh analit berupa Pb ionik. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, senyawa organik dalam sampel yang berikatan dengan logam timbal (Pb) akan terlepas, kemudian diubah ke dalam bentuk garamnya menjadi Logam- $(\text{NO}_3)_x$ yang mudah larut dalam air.

4.5 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Pada Timbal (Pb) Dalam Sampel

Keberhasilan penelitian dalam penentuan kadar logam menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) tergantung pada pemilihan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang tepat. Analisis sampel menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada umumnya dalam bentuk larutan, sehingga senyawa-senyawa organik dalam sampel mudah untuk didestruksi. Beberapa hal yang perlu diperhatikan untuk pemilihan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang tepat, yaitu jenis sampel yang akan dianalisis, ukuran sampel, dan unsur-unsur yang akan dianalisis. Penelitian sebelumnya telah menunjukkan bahwa penentuan variasi zat pengoksidasi juga berpengaruh terhadap hasil analisis, seperti penelitian yang dilakukan oleh Dewi (2012) yang menganalisis logam timbal (Pb) dalam sampel sosis dan leci. Zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel sosis adalah HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1), sedangkan pada sampel leci adalah HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1). Untuk zat pengoksidasi terbaik pada sampel cair baik pada sosis maupun leci adalah HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1).

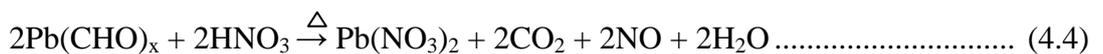
Penelitian tentang analisis kadar logam timbal (Pb) dalam buah apel ini menggunakan variasi zat pengoksidasi berupa HNO_3 , $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1), $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1). Senyawa organik dalam sampel buah apel akan mengalami pemutusan ikatan apabila sudah ditambah dengan zat pengoksidasi. Asam nitrat merupakan zat pengoksidasi yang umum digunakan karena sifat asamnya yang kuat dan dapat melarutkan logam timbal (Pb). Adapun reaksi dugaan antara logam timbal dan HNO_3 , sebagaimana berikut :



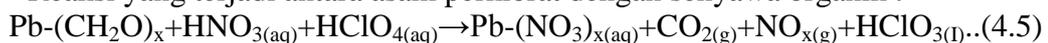
Persamaan 4.2 dengan memisalkan senyawa organik dalam sampel buah apel dengan $(\text{CHO})_x$, yang selanjutnya didekomposisi (oksidasi) oleh HNO_3 menghasilkan CO_2 dan NO , gas ini dapat meningkatkan tekanan pada proses destruksi. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, logam timbal (Pb) yang diteliti akan terlepas dari ikatannya dengan senyawa organik dalam sampel, kemudian diubah ke dalam bentuk garamnya menjadi $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ yang mudah larut dalam air. Titik didih dari logam timbal (Pb) sebesar 1740°C , maka dengan pemanasan pada suhu 100°C bisa dipastikan bahwa logam timbal (Pb) masih terdapat di dalam sampel. Logam timbal (Pb) yang telah membentuk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ selanjutnya terurai menjadi Pb^{2+} dan 2NO_3^- , dalam keadaan Pb^{2+} inilah logam timbal (Pb) dalam sampel buah apel dapat terdeteksi dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Zat pengoksidasi kedua yaitu campuran HNO_3 p.a + HClO_4 p.a, dimana fungsi HNO_3 sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO_3 , sedangkan HClO_4 juga sebagai pengoksidasi sehingga dapat memaksimalkan pemutusan logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel.

Reaksi yang terjadi antara asam nitrat dengan senyawa organik :



Reaksi yang terjadi antara asam perklorat dengan senyawa organik :



Pada HClO_4 akan mengalami reduksi dengan HClO_3 yang berawal memiliki bilangan oksidator +7 menjadi +5 sehingga bersifat oksidator. Kemudian pada HNO_3 mengalami reduksi dengan NO . Kelarutan perklorat

umumnya larut dalam air. Kalium perklorat adalah salah satu dari yang paling sedikit larut dan natrium perklorat adalah salah satu dari yang paling banyak larut (Vogel, 1990). Kekuatan asam akan meningkat sebanding dengan meningkatnya elektronegativitas dari atom pusat yang dimiliki oleh asam sulfat ini, sehingga dengan adanya pengaruh dari elektronegativitas dapat mempengaruhi kekuatan asam. Penggunaan dua jenis asam kuat berupa HNO_3 dan HClO_4 sebagai zat pengoksidasi akan meningkatkan kekuatan asam, sehingga proses destruksi berlangsung maksimal. Penggunaan kombinasi asam sebagai zat pengoksidasi lebih menguntungkan jika dibandingkan dengan asam tunggal karena kombinasi asam akan memberikan kekuatan asam yang lebih baik, khususnya untuk melarutkan logam-logam yang terdapat dalam sampel organik dan mendegradasi sampel organik.

Masing-masing jenis metode destruksi dan zat pengoksidasi akan memberikan hasil analisis yang berbeda. Pengaruh suhu sistem antara destruksi terbuka dan destruksi tertutup juga akan berdampak pada konsentrasi yang diserap oleh Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Penelitian ini telah membuktikan adanya pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan perbedaan hasil analisis yang signifikan.

4.5.1 Analisis Data

Uji statistik *Two Way Anova* pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui signifikansi pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi pada penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam buah apel. Uji statistik dengan *Two Way Anova* ini menggunakan tingkat kepercayaan hasil uji 95%, kemudian dilakukan pengujian dengan hipotesis:

1. $H_0 = 0$, berarti tidak ada pengaruh jenis metode destruksi dan zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam timbal (Pb).
2. $H_1 \neq 0$, berarti ada pengaruh jenis metode destruksi dan zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam timbal (Pb).

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

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

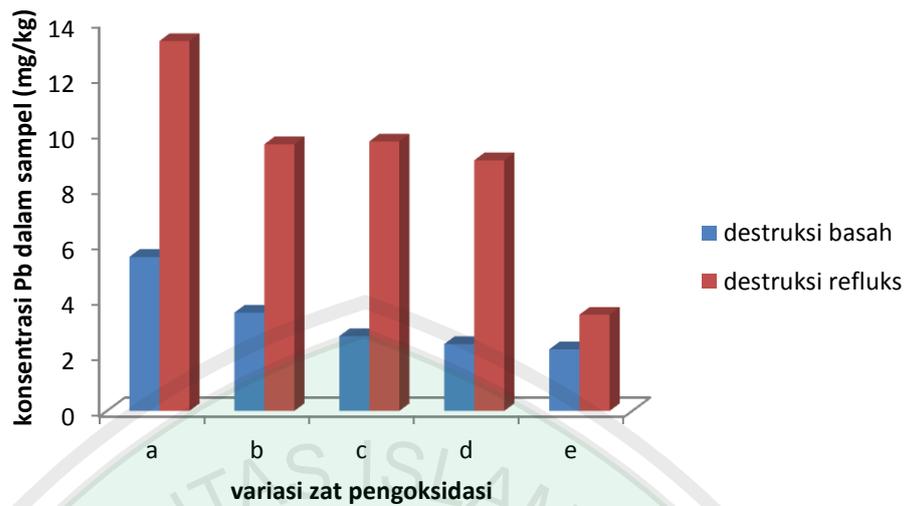
Tabel 4.2 Hasil Uji *Two Way Anova* Pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi terhadap Kadar Logam Pb dalam Buah Apel

<i>Sumber Variasi</i>	<i>SS</i>	<i>df</i>	<i>MS</i>	<i>Fhitung</i>	<i>Ftabel</i>
Antar Group	246,618	2	123,309	18,597	0,361
Dalam Group	179,027	27	6,631		
Total	425,645	29			

Keterangan: *SS*= Sum of Squares; *MS*= Mean Square; *df*= derajat kebebasan

Berdasarkan Tabel 4.2 dengan menggunakan tingkat kesalahan sebesar 0,05, maka diperoleh nilai $F_{hitung} = 18,597$, sedangkan $F_{tabel} = 0,361$. Nilai F_{hitung} ($18,597$) $>$ F_{tabel} ($0,361$), maka sesuai aturan H_0 ditolak dan H_1 diterima, artinya terdapat pengaruh yang signifikan dengan adanya variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dari penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam buah apel.

Diagram batang berikut merupakan perolehan konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada sampel buah apel dengan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi HNO_3 , $HNO_3 + HClO_4$ (1:1), $HNO_3 + HClO_4$ (3:1), $HNO_3 + HClO_4$ (5:1), $HNO_3 + HClO_4$ (8:1):



Gambar 4.3 Diagram Perbandingan Perolehan Konsentrasi Pb dalam Larutan Hasil Destruksi Berdasarkan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi

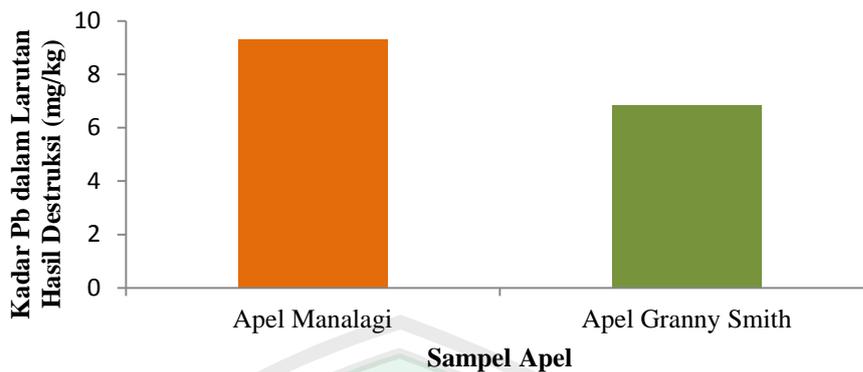
Keterangan: (a) $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); (b) $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); (c) $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); (d) $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); (e) HNO_3

Gambar 4.3 diatas menunjukkan hubungan antara variasi zat pengoksidasi dan metode destruksi dengan konsentrasi kadar logam timbal (Pb). Dari diagram batang tersebut dapat dilihat bahwa pada destruksi hasil analisis menggunakan metode destruksi basah dengan zat pengoksidasi HNO_3 p.a. diperoleh rata-rata konsentrasi timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi sebesar 2,236 mg/Kg, sedangkan pada penggunaan 2 variasi pelarut HNO_3 p.a. + HClO_4 p.a. (1:1) didapatkan hasil yang lebih efektif dalam mendestruksi sampel buah apel, yakni sebesar 5,578 mg/Kg. Konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi dengan menggunakan metode destruksi basah variasi pelarut HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (3:1) diperoleh hasil sebesar 3,566 mg/Kg. Pada variasi pelarut HNO_3 p.a + HClO_4 p.a. (5:1) diperoleh hasil sebesar 2,713 mg/Kg, sedangkan pada variasi pelarut HNO_3 p.a + HClO_4 p.a. (8:1) diperoleh hasil sebesar 2,425 mg/Kg.

Logam timbal (Pb) yang dianalisis dengan menggunakan metode destruksi refluks dan zat pengoksidasi HNO_3 p.a; HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (1:1); HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (3:1); HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (5:1); dan HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (8:1) diperoleh konsentrasi rata-rata larutan hasil destruksi secara beturut-turut adalah 3,493 mg/Kg; 13,318 mg/Kg; 5,617 mg/Kg; 9,718 mg/Kg dan 9,042 mg/Kg. Keseluruhan hasil analisis dari penelitian ini merekomendasikan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel buah apel adalah destruksi refluk dengan zat pengoksidasi campuran, HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (1:1), berdasarkan konsentrasi logam timbal (Pb) terukur yang paling tinggi. Analisis logam ini didapatkan hasil destruksi refluks lebih tinggi dibanding dengan hasil destruksi basah dikarenakan hasil destruksi refluks dapat mengurangi gangguan dari unsur lain atau zat pengotor dan membuat konsentrasi unsur yang terdapat dalam sampel berada dalam batas-batas yang diperlukan.

4.6 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sampel Buah Apel dengan Spesies Berbeda

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel buah apel dengan dua macam spesies yang berbeda ini menggunakan metode destruksi refluk dan HNO_3 + HClO_4 (1:1) sebagai agen pengoksidasinya. Sampel yang digunakan adalah buah apel manalagi dan buah apel *granny smith*. Konsentrasi logam timbal (Pb) dari masing-masing sampel diuji dengan tiga kali pengulangan prosedur agar diperoleh akurasi dan kevalidan data dari setiap perlakuan. Konsentrasi logam timbal (Pb) yang diperoleh dari larutan hasil destruksi pada masing-masing spesies buah apel dapat dilihat pada diagram batang berikut:



Gambar 4.4 Diagram Batang Konsentrasi Pb dalam Larutan Hasil Destruksi Refluks Menggunakan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) dari Masing-Masing Sampel Apel

Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada buah apel mempunyai perbedaan yang setiap spesies, untuk buah apel manalagi 9,305 mg/ Kg dan buah apel *granny smith* 6,821 mg/Kg.

4.7 Kajian Hasil Penelitian Tentang Makanan atau Minuman yang Halal dan Baik dalam Perspektif Islam

Para ulama sepakat bahwa ajaran agama Islam bertujuan untuk memelihara lima hal pokok yaitu: agama, jiwa, akal, kehormatan, dan kesehatan, sehingga setiap usaha yang mendukung tercapainya salah satu diantara tujuan tersebut mendapat dukungan penuh dari ajaran agama Islam. Makanan merupakan kebutuhan manusia yang mempunyai peran penting dalam mempertahankan kesehatan badan, seperti yang disabdakan Rasulullah SAW “*Sesungguhnya badanmu mempunyai hak atas dirimu*”. Hadist tersebut mempunyai arti bahwa kehidupan yang sehat secara jasmani merupakan modal utama untuk bisa melaksanakan pengabdian yang terbaik kepada Allah SWT (Shihab, 1997).

Berbagai jenis makanan dapat kita peroleh di pasar atau supermaket, dari makanan yang berasa manis hingga masam, semuanya dikemas dan disajikan dalam bentuk menarik. Penyajian dan penampilan suatu makanan memegang peranan yang penting dalam pemasaran suatu produk makanan. Bagi umat Islam ada satu faktor yang jauh lebih penting dari sekedar rasa dan penampilan dari suatu makanan, yaitu aspek kehalalan makanan. Islam mengajarkan untuk makan makanan yang halal dan baik dengan memperhatikan sumber dan kebersihan makanan.

Konsep Islam tentang makanan halal dan baik telah tercantum dalam sumber utama ajaran Islam, yakni Al quran. Ironinya, umat Islam di Indonesia belum memiliki kesadaran penuh terkait makanan yang halal dan baik. Firman Allah SWT dalam surat al Maidah : 88.

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

Artinya : *“dan makanlah makanan yang halal lagi baik dari apa yang Allah telah rezezikikan kepadamu, dan bertakwalah kepada Allah yang kamu beriman kepada-Nya”*.

Ayat diatas menjelaskan bahwa Allah SWT memerintahkan kepada manusia untuk memilih makanan yang halal dan baik. Menurut Shihab (1997) perintah makan di dalam kitab suci al Qur'an selalu menekankan kedua sifat, yaitu halal dan baik (*thayyib*). Makanan halal adalah makanan yang tidak dilarang oleh agama. Makanan yang baik ialah makanan yang dibenarkan untuk dimakan menurut ilmu kesehatan, sehingga tidak semua makanan halal itu baik untuk dikonsumsi.

Menurut Ash-Shabuni dalam Kartubi (2013) penjelasan Al quran surat al Maidah ayat 88 di atas menerangkan tentang perintah Allah SWT kepada manusia untuk mengkonsumsi makanan yang halal dan baik. Ash-Shabuni menafsirkan makanan halal dan baik yaitu makanan yang tidak rusak, kotor, serta tidak mengandung dosa dari cara memperolehnya, seperti: korupsi, suap, riba dan lain sebagainya.

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

1. Makanan yang sehat

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

2. Proporsional

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

3. Aman

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

Dalam Surat an Nahl ayat 114 Allah SWT berfirman sebagaimana berikut :

فَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا وَاشْكُرُوا نِعْمَتَ اللَّهِ إِنَّ كُنْتُمْ لِيَآئِهِ تَعْبُدُونَ

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”.

Menurut Hasbi (1995), ayat di atas mengandung perintah meninggalkan perbuatan-perbuatan Jahiliyah, bersamaan dengan itu perintah mengkonsumsi makanan yang halal dan baik dari rezeki-rezeki yang telah diberikan oleh Allah SWT, serta bersyukur atas segala nikmat yang diberikan kepada setiap hambaNya.

Penelitian tentang penentuan logam timbal (Pb) dalam buah apel ini didapatkan hasil kadar rata-rata logam timbal (Pb) pada larutan hasil destruksi sampel apel untuk apel manalagi yakni dengan rata-rata 9,305 mg/Kg dan apel *granny smith* dengan rata-rata 6,821 mg/Kg.

Logam timbal (Pb) jika dalam dikonsumsi sesuai dengan yang dianjurkan atau tidak melebihi ambang batas yang ditetapkan oleh SNI dan pada konsumsi setiap harinya yang ditetapkan pada *Adiccted Daily Intake* (ADI) yakni konsumsi buah setiap hari pada orang dewasa perempuan, dewasa laki-laki dan pada anak-anak memiliki batas konsumsi yang berbeda-beda. Pada dewasa laki-laki dan perempuan dan juga anak-anak kandungan Pb tidak baik dikonsumsi jika dikonsumsi secara terus-menerus dan memiliki kadar lebih dari 80 µg/dl atau setara dengan 0,8 mg/L atau juga setara dengan 8 mg/Kg karena dapat menyebabkan gangguan *neurologi* (susunan saraf) meningkat. Pada penelitian ini rata-rata apel lokal sebesar 9,305 mg/Kg dan pada buah apel *granny smith* sebesar 6,821 mg/Kg, maka tidak akan memberikan dampak buruk bagi tubuh jika tidak dikonsumsi secara berlebihan atau secukupnya, sebaliknya apabila logam timbal

(Pb) tersebut dikonsumsi secara berlebihan dapat mengakibatkan penumpukan logam timbal (Pb) didalam tubuh sehingga terakumulasi dan menimbulkan berbagai penyakit hingga kematian. Keseimbangan dalam mengkonsumsi makanan ataupun minuman yang sesuai dengan kebutuhan tubuh manusia, yaitu tidak terlalu berlebihan dan tidak melampaui batas harus diperhatikan. Keamanan pangan ini dijamin dalam firman Allah SWT pada surat al A'raaf ayat 31.

﴿ يٰٓبَنِي ٓءَادَمَ خُذُوٓا زِينَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوٓا وَشَرِبُوٓا وَلَا تُسْرِفُوٓا ۚ إِنَّهُ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِينَ ﴾

Artinya : *Hai anak Adam, pakailah pakaianmu yang indah di Setiap (memasuki) mesjid, makan dan minumlah, dan janganlah berlebih-lebihan. Sesungguhnya Allah tidak menyukai orang-orang yang berlebih-lebihan (al A'raaf : 31).*

Surat al A'raaf ayat 31 menjelaskan tentang Allah SWT melarang berlebih-lebihan dalam segala hal termasuk dalam hal makan dan minuman, sebab yang demikian dapat mendatangkan penyakit. Sebaiknya makanlah selagi lapar dan berhentilah sebelum kenyang.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Penelitian tentang Analisis Logam Timbal (Pb) pada Buah Apel Dengan Metode Destruski Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) ini dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel apel menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah destruksi refluks dengan zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1), rata-rata konsentrasi logam timbal (Pb) pada apel 8,063 mg/kg.
2. Kadar logam timbal (Pb) dalam pada buah apel manalagi 9,305 mg/kg dan buah apel *granny smith* 6,821 mg/kg.

5.2 Saran

Untuk penelitian lebih lanjut penulis memberikan saran sebagai berikut:

1. Proses penumbukan pada apel, baiknya menggunakan alat bantu pamarut agar dapat meminimalisir waktu dan tidak kontak dengan udara terlalu lama tetapi alat pamarut dilapisi dengan plastik agar tidak berhubungan langsung dengan logam.
2. Agar dilakukan uji lanjutan pada zat pengoksidasi terbaik dengan variasi zat pengoksidasi lainnya serta menggunakan metode *microwave*.

DAFTAR PUSTAKA

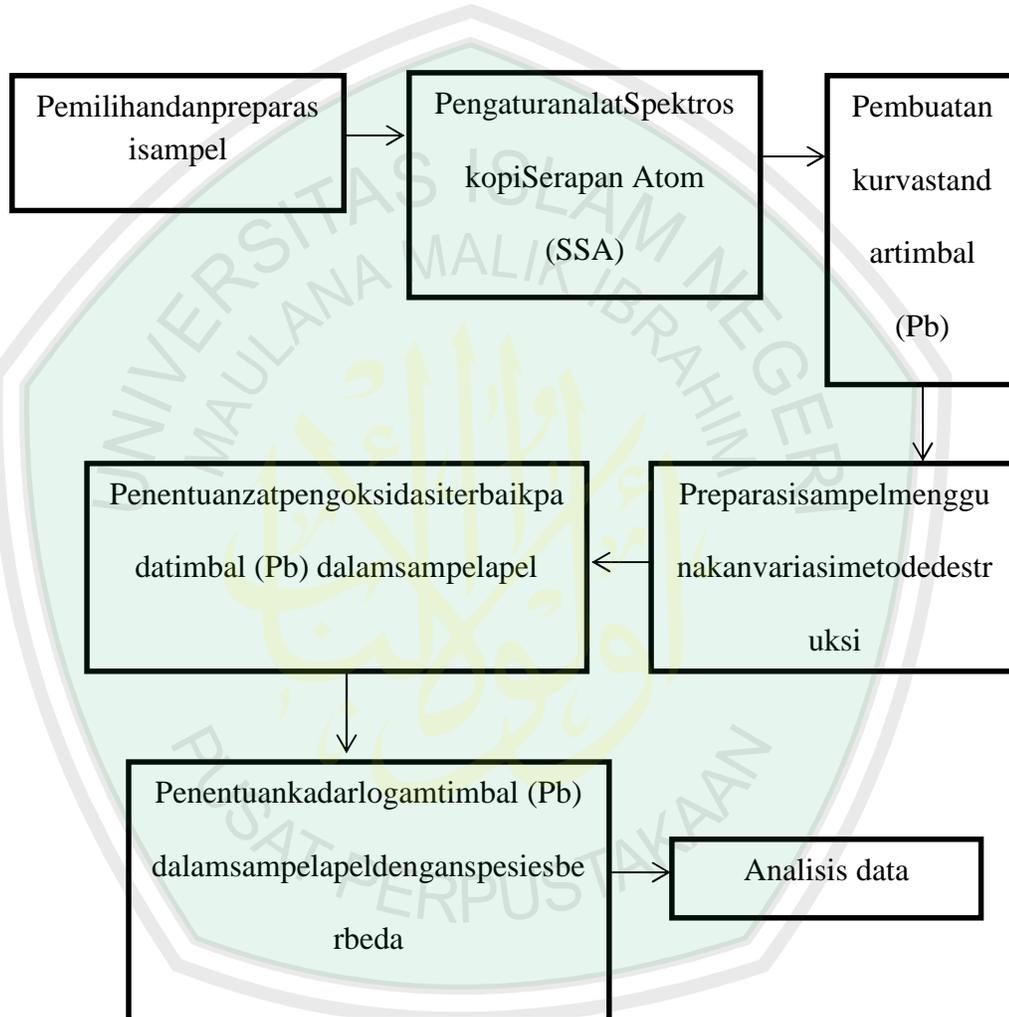
- Anderson, R. 1987. *Sample Pretreatment and Separation*. Chicester: John Willey and Sons. Page 25
- Anum, H. 2009. *Analisis Kalsium dan Besi dalam Berbagai Apel Secara Spektrofotometri Serapan Atom Setelah Destruksi Basah dan Kering*. Tesis. UGM
- Apriantono. 1989. *Petunjuk Laboratorium: Analisis Pangan*. Depdikbud, Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi. IPB. Hal. 16-19
- Astawan, M. 2005. *Awas Koran Bekas! Kompas cyber media*. <http://www.kompas.com>. Diakses tanggal 12 Juni 2006
- Aziz, V. 2007. *Analisis Kandungan Logam Timah, Seng dan Timbal pada Sampel Susu Kental Manis Kemasan Kaleng Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom*. Yogyakarta : Skripsi Jurusan Kimia UII
- Badan POM RI (2009), *Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan*. Jakarta: BPPOM.
- Bambang, S. 1996. *Budi Daya Apel*. Yogyakarta. Kasinius
- Baskara, I. R.; Supriyadi; dan Endang, S.R. 2011. *Analisis Timbal, Tembaga, dan Seng dalam Susu Sapi Segar yang Beredar Di Kecamatan Jerebes Kota Surakarta Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)*. Fakultas Farmasi. Surakarta : Universitas Setia Budi
- Bortolli, A.; Gerotto, M.; Machoiro, M.; Palonta, T.; dan Attioli. 1995. *Analytical Problems in Mercury Analysis of Seafood*. Ann, 1st. Sanita. 31: 359-362
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Cetakan I. Jakarta: Universitas Indonesia
- Day and Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga
- Dewi, F. R. 2005. *Pengaruh Jenis Asam Pendestruksi Terhadap Kadar Logam Berat Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu) dalam ikan*. Skripsi. FMIPA UNY
- Evan, S. J.; Johson, M.S.; dan Leah, R.T. 2011. *Determination of Mercury in Fish Tissue, A Rapid, Automated Tehnique for Routine Analysis*. *School of Biology University of Liverpool*. England
- Gad, S. C. 2005. Cadmium. *Dalam: Encyclopedia of toxicology* (Ed. Ke—2, vol. 1, halaman 705-709). USA: Elsevier
- Gdt, J., Scheidig, F., Grosse-Siestrup, C., Esche, V., Brandenburg, p., Reich, A., dan Groneberg S.A. 2006. *The toxicity of cadmium and resulting hazards for human health*. Diakses 18 mei 2015
- Handayani, L dan Prayitno. 2009. *Kajian Pengaruh Lama Waktu Pemaparan Terhadap Kandungan Pb Pada Buah Apel Yang Dijual Pada Buah Di Tepi Jalan Colombo*. Sigma 12 (1) : 55-70
- Harris.D.C., 1982. *Quantytative Chemical Analysis*. W.H Freeman and Company, New York

- Indrajati, K., Hartatie, P., dan Imelda. 2005. Studi Kandungan Logam Pb dalam Tanaman Kangkung Umur 3 dan 6 Minggu yang ditanam di Media yang Mengandung Pb. *Makara Sains*, 9 (2):56-59
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI Press
- Malik, Z. A., Eugenia P dan Zahoor A., 2014. *Diverse Effect Of Cadmium And Lead On Growth And Yield Of Carrot (Daucus Carota)*. ISSN 0975-6299. International Journal of Pharma and Bio Sciences
- Maria, S. 2010. Penentuan Kadar Logam Besi (Fe) dalam Tepung Gandum dengan Cara Destruksi Basah dan Destruksi Kering dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Sumatera Utara
- Marbun, N.B. 2010 *Analisis Kadar Timbal (Pb) Pada Makanan Berdasarkan Lama Waktu Paparan Yang Dijual Dipinggir Jalan Pasar I Padang Bulan Medan Tahun 2009*. Skripsi. Fakultas Kesehatan masyarakat Universitas Sumatera Utara. Medan
- Mariti, Q. 2005. Pemeriksaan Cemar Pb(II) Pada Daun Teh (*Camellia sinensis* L.O. Kuntze) yang Ditanam di Pinggiran Jalan di Daerah Alahan Panjang Sumatra Barat Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi S-1*. Padang. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Andalas
- Muchtadi. 2009. *Destruksi Basah dan Kering*. Makasar: UNHAS Press
- Mulja, J.C dan Miller, J.N. 1991. *Statistika Untuk Kimia Analitik Edisi kedua*. Terjemahan Suroso. Bandung : Penerbit ITB
- Naser, H.M, N. C. Shil, N. U Mahmud, M. H. Rashid dan K.M. Hossain. 2009. *Lead, Cadmium And Nickel Contents of Vegetables Grown In Industrially Polluted and Non-Polluted Areas of Bangladesh*. Bangladesh J. Agril. Res. 34(4):545-554. ISSN 0258-7122
- Nurharisah, S. 2012. *Makalah Apel, Belimbing, Pepaya, dan Kedondong*. (<http://Sucinurharisah.blogspot.com> diakses 17 mei 2015)
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Penerbit Rineka Cipta
- Raimon. 1993. Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Lokakarya Nasional*. Yogyakarta: Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar. Hal. 22, 31, 298, 463

- Salisbury, Frank B., dan Cleon W Ross. 1995. *Fisiologi Tumbuhan*: Jilid 3. Diterjemahkan oleh Diah R. Lukman dan Sumaryono. Bandung: Penerbit ITB
- Shihab, Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah : Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta : Lentera Hati
- Shihab, Q. 1997. *Wawasan al-Qur'an Tafsir Maudhui Atas Pelbagai Persoalan Ummat*. Bandung: Mizan
- Shihab, Q. 1997. *Membumikan al-Qur'an Fungsi dan Peran Wahyu dalam Kehidupan Masyarakat*. Bandung: Mizan
- Skoog, D.A. 2000. *Principles of Instrumental Analysis*. USA : CSB College Publishing
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur-Unsur Fe, Cu, Mn dan Zn Dalam Contoh-Contoh Biologis. *Prosiding Seminar Nasional Metode Analisis*. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI
- Supriyanto, Samin dan Zainul K., 2007. *Analisis Cemaran Logam Berat Pb, Cu dan Cd Pada Ikan Air Tawar Dengan Metode Spektrometri Nyala Serapan Atom (SSA)*. Prosiding Seminar Nasional III SDM Teknologi Nuklir. Yogyakarta. ISSN 1978-0176
- Triani, I. L. 2010, *Kandungan Pb dan Cd Pada Tanaman Kangkung (Ipomea aquatic Forsk) yang Ditanam di Sekitar Jalan Ida Bagus Mantra menuju Klungkung*. Laporan penelitian Dosen Muda, Universitas Udayana. Bali
- United States Environmental Protection Agency. 1995. *Canned fruits and vegetable*. 1 juni 2011. www.epa.gov/ttn/ap42/ch09/final/c9s08-1.pdf
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatis Makro Dan Semimikro*. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka
- Widowati, W. Sastiono, A. dan Jusuf, R. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemaran*. Yogyakarta: Penerbit Andi
- Wulandari, E. A dan Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumpun Laut Merah (*Eucheuma cottonii*). Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS). *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*. Vol. 2, No.2

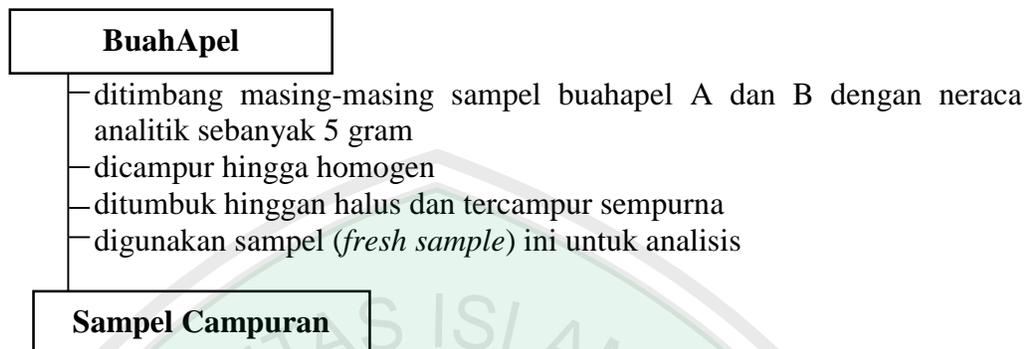
LAMPIRAN

Lampiran 1: Rancangan Penelitian

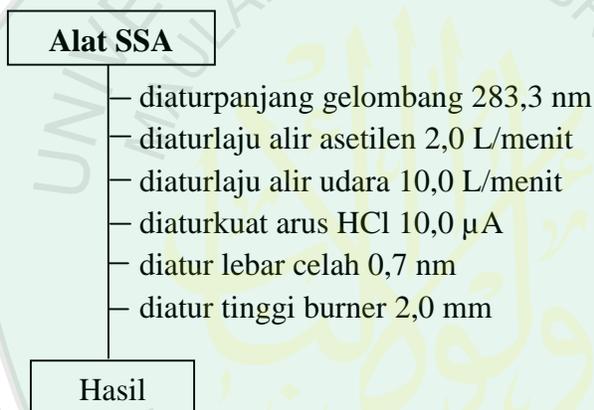


Lampiran 2: Diagram Alir

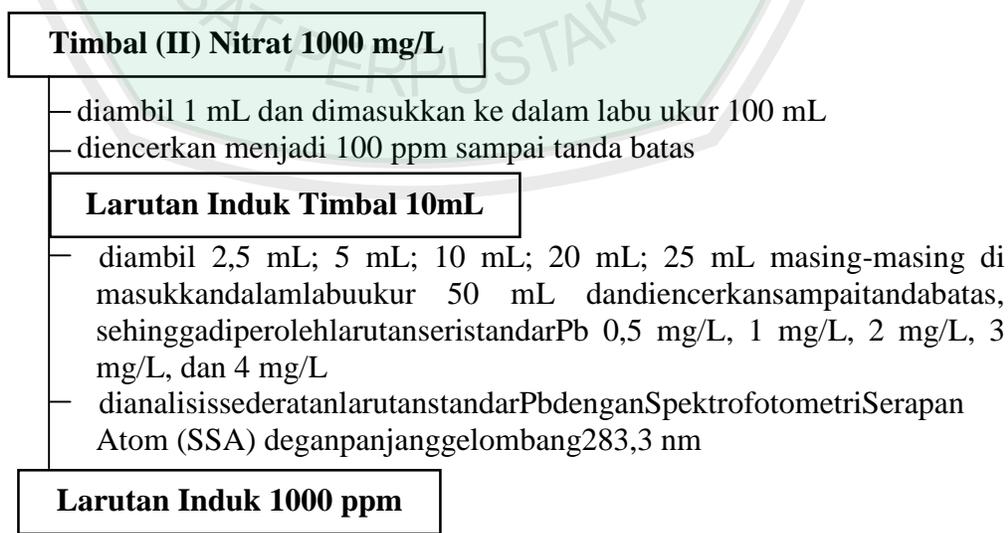
1. Preparasi Sampel Campuran



2. Pengaturan Alat Spektrometri Serapan Atom (SSA) Logam Pb



3. Pembuatan Larutan Standar Timbal



4. Penentuan Logam Timbal (Pb) Menggunakan Destruksi Basah

4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Sampel Campuran

- ditimbang 1 gram sampel buahapel hasil preparasi
- dimasukkan ke dalam beaker glass 100 mL
- ditambahkan dengan 15 mL HNO₃ 65% p.a
- dipanaskan sampai volume berkurang setengahnya diatas hot plate pada suhu 100°C selama 3 jam sampai larutan bening
- larutan didinginkan sampai suhu kamar
- disaring dengan kertas saring Whatman 42
- dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL
- diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Hasil

4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup

Sampel Campuran

- ditimbang 1 gram sampel buahapel hasil preparasi
- ditambahkan dengan HNO₃ 65% p.a 15 mL di dalam refluks
- dipanaskan dengan suhu 100°C selama 3 jam diatas *hot plate*
- didinginkan larutan hasil refluks sampai suhu kamar
- disaring dengan kertas Whatman 42
- dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL
- diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Hasil

5 Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan Destruksi Basah Destruksi Basah Variasi Pelarut

Sampel Hasil Destruksi Basah

- dipilih salah satu cara terbaik dari destruksi basah (terbuka atau tertutup)
- ditentukan asam oksidator atau variasi komposisi pelarut yang terbaik seperti tabel berikut:

Metode	Larutan		Perbandingan	Larutan Pengencer
	HNO ₃	HClO ₄		
Destruksi basah terbuka	15 mL	-	-	HNO ₃ 0,5 M
	7,5 mL	7,5 mL	1:1	HNO ₃ 0,5 M
	11,25 mL	3,75 mL	3:1	HNO ₃ 0,5 M
	12,5 mL	2,5 mL	5:1	HNO ₃ 0,5 M
	13,3 mL	1,7 mL	8:1	HNO ₃ 0,5 M
Destruksi basah tertutup	15 mL	-	-	HNO ₃ 0,5 M
	7,5 mL	7,5 mL	1:1	HNO ₃ 0,5 M
	11,25 mL	3,75 mL	3:1	HNO ₃ 0,5 M
	12,5 mL	2,5 mL	5:1	HNO ₃ 0,5 M
	13,3 mL	1,7 mL	8:1	HNO ₃ 0,5 M

- ditentukan konsentrasi Pb pada sampel dengan menggunakan Spektrometer Serapan Atom (SSA)

Hasil

6 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb)

dalam Sampel Buah Apel dengan Jenis Berbeda

Sampel Campuran

ditimbang 1 gram masing-masing sampel buah apel manalagi dan buah apel *granny smith*
 dianalisis dengan menggunakan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik. Sehingga didapatkan variasi seperti tabel berikut:

Jenis Sampel	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Apel Manalagi (A)			
Apel <i>Granny Smith</i> (B)			

dilakukan uji kadar logam timbal (Pb)

dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulang dari masing-masing jenis buah apel

dianalisis dengan metode uji varian *One Way*

Annova untuk mengetahui apakah penggunaan metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi terbaik mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi

Hasil

Lampiran 3: Perhitungan Preparasi Bahan

2.1 Pembuatan Larutan Stok 100 ppm Pb^{2+} dalam persenyawaan $Pb(NO_3)_2$

$$Mr_{Pb(NO_3)_2} = 331,2 \text{ g/mol}$$

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

$$= \frac{Mr_{Pb(NO_3)_2}}{Ar_{Pb}} \times 1000 \text{ mg}$$

$$Ar_{Pb}$$

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

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

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

Jadi, 1,59897 gram $Pb(NO_3)_2$ dilarutkan dalam 100 mL

larutan aquadest dan menjadi larutan baku Pb 100 mg/L

2.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

a. Pembuatan Larutan 1000 ppm menjadi 10 ppm dalam 100 mL

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 10 mg/L dibuat dengan 1 mL larutan stok 1000 mg/L yang diencerkan dalam takar 100 mL dengan HNO_3 0,5 M.

b. Pembuatan larutan standar 0,5 mg/L

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

$$V_1 \times 10 \text{ mg/L} = 0,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 \times = \frac{0,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 0,5 mg/L dibuat dengan 2,5 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO_3 0,5 M.

c. Pembuatan larutan standar 1 mg/L

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 1,0 mg/L dibuat dengan 5 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO_3 0,5 M.

d. Pembuatan larutan standar 1,5 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 1,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 \times &= \frac{1,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}
 \end{aligned}$$

$$V_1 = 7,5 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 1,5 mg/L dibuat dengan 7,5 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO₃ 0,5 M.

e. Pembuatan larutan standar 2 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= M_2 \times V_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}
 \end{aligned}$$

$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 2 mg/L dibuat dengan 10 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO₃ 0,5 M.

f. Pembuatan larutan standar 2,5 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 2,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{2,5 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}
 \end{aligned}$$

$$V_1 = 12,5 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 2,5 mg/L dibuat dengan 12,5 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dalam takar 50 mL dengan HNO₃ 0,5 M.

Perhitungan Kadar Logam Sebenarnya

$$\text{Kadar Pb} = \frac{F_p \times b}{W}$$

Keterangan :

F_p = Faktor Pengenceran

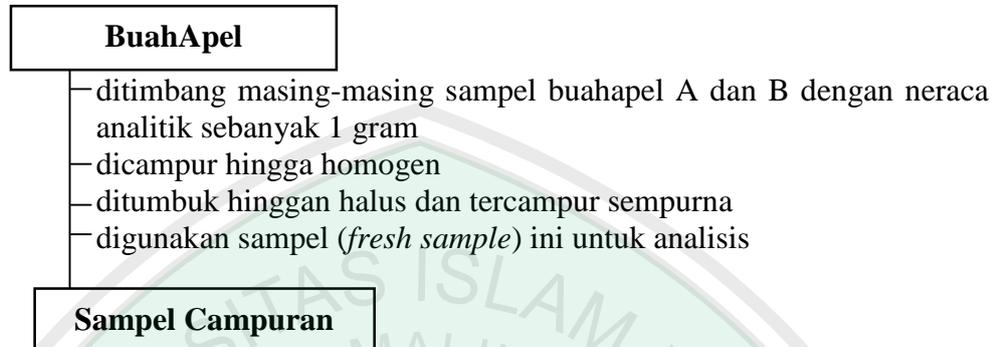
B = Kadar yang Terbaca Instrumen (mg/L)

W = Berat Contoh (gr)

LAMPIRAN

Lampiran1: Diagram Alir

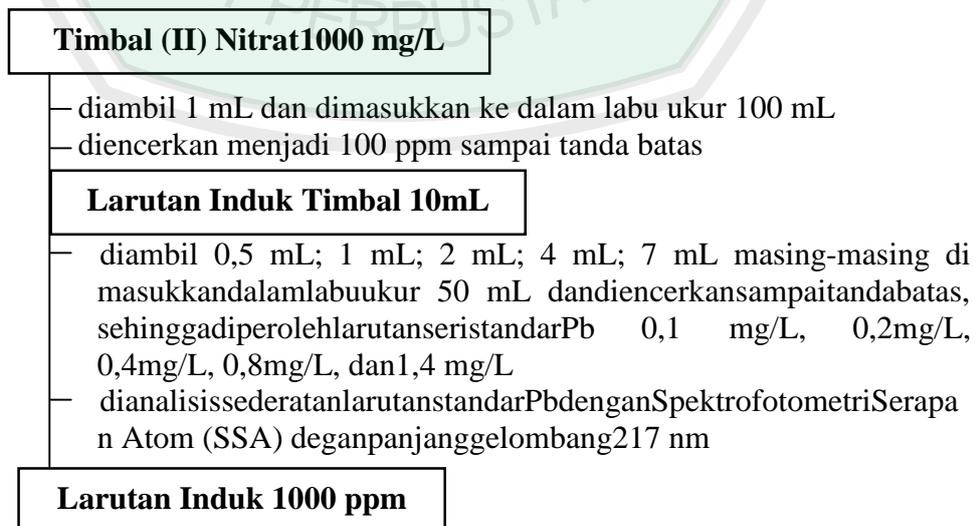
1. Preparasi Sampel Campuran



2. Pengaturan Alat Spektrometri Serapan Atom (SSA) Logam Pb



3. Pembuatan Larutan Standar Timbal



4. Penentuan Logam Timbal (Pb) Menggunakan Destruksi Basah

4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Sampel Campuran

- ditimbang 1 gram sampel buahapel hasil preparasi
- dimasukkan ke dalam beaker glass 100 mL
- ditambahkan dengan 15 mL HNO_3 65% p.a
- dipanaskan sampai volume berkurang setengahnya diatas hot plate pada suhu 100°C selama 3 jam sampai larutan bening
- larutan didinginkan sampai suhu kamar
- disaring dengan kertas saring Whatman 42
- dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL
- diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Hasil

4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup

Sampel Campuran

- ditimbang 1 gram sampel buahapel hasil preparasi
- ditambahkan dengan HNO_3 65% p.a 20 mL di dalam refluks
- dipanaskan dengan suhu 100°C selama 3 jam diatas *hot plate*
- didinginkan larutan hasil refluks sampai suhu kamar
- disaring dengan kertas Whatman 42
- dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL
- diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Hasil

5 Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan Destruksi Basah Destruksi Basah Variasi Pelarut

Sampel Hasil Destruksi Basah

- dipilih salah satu cara terbaik dari destruksi basah (terbuka atau tertutup)
- ditentukan asam oksidator atau variasi komposisi pelarut yang terbaik seperti tabel berikut:

Metode	Larutan		Perbandingan	Larutan Pengencer
	HNO ₃	HClO ₄		
Destruksi basah terbuka	15 mL	-	-	HNO ₃ 0,5 M
	7,5 mL	7,5 mL	1:1	HNO ₃ 0,5 M
	11,25 mL	3,75 mL	3:1	HNO ₃ 0,5 M
	12,5 mL	2,5 mL	5:1	HNO ₃ 0,5 M
	13,3 mL	1,7 mL	8:1	HNO ₃ 0,5 M
Destruksi basah tertutup	15 mL	-	-	HNO ₃ 0,5 M
	7,5 mL	7,5 mL	1:1	HNO ₃ 0,5 M
	11,25 mL	3,75 mL	3:1	HNO ₃ 0,5 M
	12,5 mL	2,5 mL	5:1	HNO ₃ 0,5 M
	13,3 mL	1,7 mL	8:1	HNO ₃ 0,5 M

- ditentukan konsentrasi Pb pada sampel dengan menggunakan Spektrometer Serapan Atom (SSA)

Hasil

6 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Buah Apel dengan Jenis Berbeda

Sampel Campuran

ditimbang 1 gram masing-masing sampel buah apel manalagi dan buah apel granny smith dianalisis dengan menggunakan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik. Sehingga didapatkan variasi seperti tabel berikut:

Jenis Sampel	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Apel Manalagi (A)			
Apel Granny Smith (B)			

dilakukan uji kadar logam timbal (Pb)

dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulangan dari masing-masing jenis buah apel

dianalisis dengan metode uji varian *Two Way*

Annova untuk mengetahui apakah penggunaan metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi terbaik mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi

Hasil

Lampiran 2. Perhitungan

1. Pembuatan Larutan Stock 1000 ppm Pb²⁺ dalam persenyawaan Pb(NO₃)₂

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

$$\text{Ar Pb} = 207,2 \text{ g/mol}$$

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

$$= \frac{331,2 \text{ g/mol} \times 1000 \text{ mg}}{207,2 \text{ g/mol}}$$

$$= 1,5984 \text{ mg}$$

Jadi 1,5984 mg Pb(NO₃)₂ dilarutkan dalam 1 liter larutan aquades dan menjadi larutan stock Pb 1000 mg/L.

2. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

- a. 1000 mg/L menjadi 10 mg/L

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

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

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

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

- b. 10 mg/L menjadi beberapa sederetan larutan standar sebagai berikut :

➤ **0.1 mg/L**

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

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

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

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

➤ **0,2 mg/L**

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

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

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

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

➤ **0,4 mg/L**

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

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

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

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

➤ **0,8 mg/L**

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

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

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

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

➤ **1,4 mg/L**

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

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

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

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

3. Pembuatan HNO₃ 0,5 M

$$M = \frac{\% \times 10 \times P}{Mr}$$

$$\begin{aligned} M &= \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ g/L}}{63 \text{ g/mol}} \\ &= 14,4 \text{ M} \end{aligned}$$

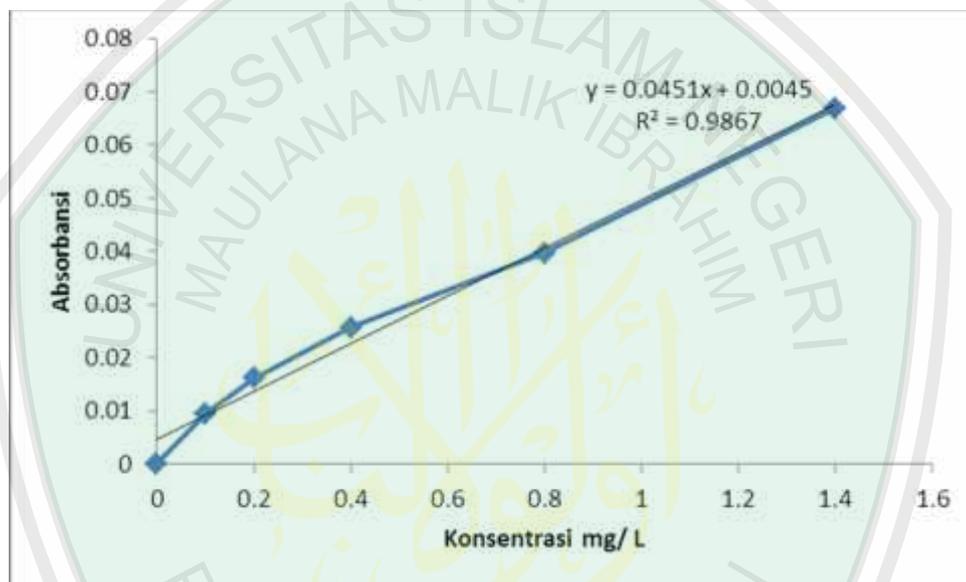
$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,4 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 250 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ M} \times 250 \text{ mL}}{14,4 \text{ M}}$$

$$V_1 = 8,7 \text{ mL}$$

4. Hasil Uji Linearitas dan Sensitivitas



- a. Linearitas ditunjukkan dengan nilai $R^2 = 0,9867$
- b. Sensitivitas ditunjukkan dengan nilai slope (kemiringan) =
0,0451

Sampel	Konsentrasi (ppm)	y	(y-)	(y-) ²	
Blangko	0,00	0	0,0045	-0,0045	0,00002025
Standar 1	0,10	0,0095	0,0004	0,0091	0,00008281
Standar 2	0,20	0,0161	0,016	0,0001	0,00000001
Standar 3	0,40	0,0257	0,0256	0,0001	0,00000001
Standar 4	0,80	0,0396	0,0395	0,0001	0,00000001
Standar 5	1,40	0,0669	0,0668	0,0001	0,00000001

Jumlah	0,0001031
SD X/Y	0,0000461
LOD	0,0030670
LOQ	0,0102234

5. Hasil Uji LOD dan LOQ

y = Absorbansi

= “y” yang diregresikan pada garis regresi

SD x/y = Standar Deviasi x/y

LOD = limit deteksi (parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat atau instrument)

LOQ = limit kuantitas (konsentrasi atau jumlah terendah dari analit yang masih dapat ditentukan dan memenuhi kriteria akurasi dan presisi)

a.
$$SD\ x/y = \sqrt{\frac{\sum (y - \hat{y})^2}{(n - 1)}}$$

$$= \sqrt{(0,00000001062961) : (6 - 1)}$$

$$= 0,00004610772$$

b.
$$LOD = \frac{3 \times SD\ x/y}{slope}$$

$$= \frac{3 \times 0,00004610772\ ppm}{0,0451}$$

$$= 0,003067033\ ppm$$

c.
$$LOQ = \frac{10 \times SD\ x/y}{slope}$$

$$= \frac{10 \times 0,00004610772\ ppm}{0,0451}$$

$$= 0,01022344\ ppm$$

6. Hasil Uji Akurasi

1. 0,1 ppm

$$y = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0095 = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0095 - 0,0045 = 0,0451x$$

$$x = 0,11086 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{\% recovery} &= \frac{0,11086 \text{ ppm}}{0,1 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 110,86 \% \end{aligned}$$

2. 0,2 ppm

$$y = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0161 = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0161 - 0,0045 = 0,0451x$$

$$x = 0,25720 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{\% recovery} &= \frac{0,25720 \text{ ppm}}{0,2 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 128,6 \% \end{aligned}$$

3. 0,4 ppm

$$y = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0257 = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0257 - 0,0045 = 0,0451x$$

$$x = 0,47006 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{\% recovery} &= \frac{0,47006 \text{ ppm}}{0,4 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 117,515 \% \end{aligned}$$

4. 0,8 ppm

$$y = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0396 = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0396 - 0,0045 = 0,0451x$$

$$x = 0,77827 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{\% recovery} &= \frac{0,77827 \text{ ppm}}{0,8 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 97,28 \% \end{aligned}$$

5. 1,4ppm

$$y = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0669 = 0,0451x + 0,0045$$

$$0,0669 - 0,0045 = 0,0451x$$

$$x = 1,38359 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \text{\% recovery} &= \frac{1,38359 \text{ ppm}}{1,4 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 98,8 \% \end{aligned}$$

7. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Hasil Destruksi

a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

Zat Pengoksidasi	Metode Destruksi	
	Destruksi Basah	Destruksi Refluk
HNO₃	0,182 mg/L	0,165 mg/L
	0,237 mg/L	0,169 mg/L
	0,273 mg/L	0,206 mg/L
HNO₃ + HClO₄ (1:1)	0,545 mg/L	0,639 mg/L
	0,511 mg/L	0,680 mg/L
	0,625 mg/L	0,669 mg/L
HNO₃ + HClO₄ (3:1)	0,384 mg/L	0,429 mg/L
	0,429 mg/L	0,480 mg/L

	0,273 mg/L	0,485 mg/L
HNO₃ + HClO₄ (5:1)	0,311 mg/L	0,506 mg/L
	0,364 mg/L	0,490 mg/L
	0,175 mg/L	0,465 mg/L
HNO₃ + HClO₄ (8:1)	0,261 mg/L	0,415 mg/L
	0,166 mg/L	0,473 mg/L
	0,288 mg/L	0,482 mg/L

b. Kadar Sebenarnya

Zat Pengoksidasi	Metode Destruksi	
	Destruksi Basah	Destruksi Refluk
HNO₃	1,721 mg/kg	3,122 mg/kg
	2,337 mg/kg	3,312 mg/kg
	2,650 mg/kg	4,045 mg/kg
HNO₃ + HClO₄ (1:1)	5,406 mg/kg	13,528 mg/kg
	5,085 mg/kg	13,575 mg/kg
	6,245 mg/kg	12,853 mg/kg
HNO₃ + HClO₄ (3:1)	3,841 mg/kg	9,648 mg/kg
	4,142 mg/kg	9,561 mg/kg
	2,715 mg/kg	9,642 mg/kg

HNO₃ + HClO₄ (5:1)	2,951 mg/kg	10,042 mg/kg
	3,458 mg/kg	9,789 mg/kg
	1,732 mg/kg	9,324 mg/kg
HNO₃ + HClO₄ (8:1)	2,587 mg/kg	8,235 mg/kg
	1,681 mg/kg	9,335 mg/kg
	3,008 mg/kg	9,584 mg/kg

a. Destruksi Basah Terbuka

- Pelarut HNO₃

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,182 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,057 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 1,721 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,237 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,014 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 2,337 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,273 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,030 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 2,650 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ : HClO₄ (1:1)

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,545 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0081 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 5,406 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,511 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0049 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 5,085 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,625 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0008 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 6,245 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ : HClO₄ (3:1)

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,384 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(0,9997 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 3,841 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,429 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0355 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,142 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,273 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0052 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 2,715 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ : HClO₄ (5:1)

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,311 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0537 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 2,951 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,364 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0526 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 3,458 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,175 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0101 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 1,732 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ : HClO₄ (8:1)

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,261 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0088 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 2,587 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,166 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(0,9873 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 1,681 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,288 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(0,9573 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 3,008 \text{ mg/kg}$$

b. Kadar Sebenarnya Destruksi Refluks

- Pelarut HNO₃

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,165 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0568 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 3,122 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,169 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0205 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 3,312 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,206 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0183 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,045 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ : HClO₄ (1:1)

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,639 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0053 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 13,528 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,680 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0018 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 13,575 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,669 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,041 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 12,853 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ : HClO₄ (3:1)

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,491 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0198 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,648 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,480 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,004 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,561 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,485 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,006 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,642 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ : HClO₄ (5:1)

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,506 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,007 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 10,042 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,490 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0011 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,789 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,465 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(0,9974 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,324 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ : HClO₄ (8:1)

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,415 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,011 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 8,209 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,473 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0133 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,335 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,482 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0058 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,584 \text{ mg/kg}$$

8. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Masing-Masing Spesies Apel

a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

Sampel	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
	Destruksi Basah Tertutup		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Apel Manalagi	0,471 mg/L	0,474 mg/L	0,452 mg/L
Apel Granny Smith	0,346 mg/L	0,344 mg/L	0,345 mg/L

b. Kadar Sebenarnya

Sampel	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)
	Destruksi Basah Tertutup
Apel	

	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Apel Manalagi	9,406 mg/kg	9,578 mg/kg	8,931 mg/kg
Apel Granny Smith	6,924 mg/kg	6,723 mg/kg	6,818 mg/kg

Perhitungan Kadar Pb Sebenarnya:

- Buah Apel Manalagi

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,471 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0014 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,406 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,474 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(0,9897 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,578 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,345 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0122 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 8,931 \text{ mg/kg}$$

- Buah Apel Granny Smith

Konsentrasi sebenarnya = (Konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / Berat Sampel

$$Y1 = \frac{\left(0,346 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(0,9994 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 6,924 \text{ mg/kg}$$

$$Y2 = \frac{\left(0,344 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ l}}{\left(1,0233 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 6,723 \text{ mg/kg}$$

$$Y3 = \frac{\left(0,345 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,012 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 6,818 \text{ mg/kg}$$



Lampiran 4

Dokumentasi Penelitian



Preaprase Buah Apel



Pemanasan destruksi Basah



Hasil Destruksi Terbuka



Saat penyaringan



Proses Destruksi Basah Refluk

