

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM KANGKUNG
SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA) DENGAN VARIASI
METODE DESTRUKSI BASAH DAN ZAT PENGOKSIDASI**

SKRIPSI

Oleh:
RAHMATUL LAILI
NIM. 12630026



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

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM KANGKUNG
SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA) DENGAN VARIASI
METODE DESTRUKSI BASAH DAN ZAT PENGOKSIDASI**

SKRIPSI

Oleh
RAHMATUL LAILI
NIM. 12630026

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

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

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM KANGKUNG
SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA) DENGAN VARIASI
METODE DESTRUKSI BASAH DAN ZAT PENGOKSIDASI**

SKRIPSI

Oleh
RAHMATUL LAILI
NIM. 12630026

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji :
Tanggal, 16 September 2016

Pembimbing I

Pembimbing II



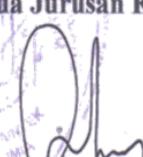
Diana Candra Dewi, M.Si
NIP. 19770720 200312 2 001



Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069



Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia

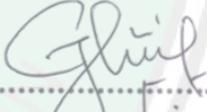
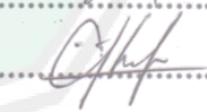

Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM KANGKUNG
SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA) DENGAN VARIASI
METODE DESTRUKSI DAN ZAT PENGOKSIDASI**

SKRIPSI

Oleh
RAHMATUL LAILI
NIM. 12630026

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 16 September 2016

Penguji Utama	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	()
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIPT. 20130902 2 317	()
Sekretaris Penguji	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	()
Anggota Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	()

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rahmatul Laili

Nim : 12630026

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : "Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Kangkung Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Dengan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi"

menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 19 September 2016

Yang membuat pernyataan,



Rahmatul Laili

NIM. 12630026

KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah, penulis panjatkan kehadiran Allah SWT. Yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan karuniaNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Hasil Penelitian dengan judul **“Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Kangkung Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Dengan Variasi Metode Destruksi Basah Dan Zat Pengoksidasi”** dengan sebaik mungkin, walaupun masih jauh dari kesempurnaan. Semoga apa yang penulis upayakan ini dapat bermanfaat untuk kita semua.

Sholawat serta salam, semoga tetap tercurah limpahkan kepada junjungan kita Rasulullah Muhammad SAW. Yang telah membawa kita dari alam kegelapan dan kebodohan menuju alam ilmiah yaitu *Dinul Islam*. Iringan doa dan ucapan terimakasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada:

1. Ayahanda, Ibunda tercinta, Kakak tercinta yang telah banyak memberikan pengorbanan, do'a, dan dukungan baik spiritual maupun materiil, serta seseorang yang selalu memberi motivasi dan semangat kepada penulis.
2. Bapak Prof. DR. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si; Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc; dan Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan skripsi, yang telah meluangkan waktu untuk senantiasa membimbing dan memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.

6. Seluruh dosen jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu pengetahuan, pengalaman, wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Segenap Civitas Akademika Jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, yang telah memberikan motivasi, pengalaman, dan pengetahuannya kepada penulis.
8. Teman-teman jurusan Kimia angkatan 2012 Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi, dan masukannya pada penulis.
9. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materiil.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna. Saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru dan bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, Agustus 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	iv
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR PERSAMAAN	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	6
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan Masalah	6
1.5 Manfaat Penelitian	7
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Kangkung	8
2.1.1 Morfologi Tanaman Kangkung	8
2.1.2 Varietas Tanaman Kangkung	9
2.1.2.1. Kangkung Darat	9
2.1.2.2. Kangkung Air	10
2.1.3 Syarat Tumbuh Tanaman Kangkung.....	11
2.1.4 Kandungan Gizi Tanaman Kangkung.....	13
2.2 Logam Timbal (Pb)	14
2.2.1 Penggunaan Timbal	16
2.2.2 Keracunan Logam Timbal (Pb)	16
2.2.3 Batas Kadar Logam Timbal Pada Makanan	17
2.3 Metode Destruksi	18
2.3.1 Destruksi Basah Terbuka	19
2.3.3 Destruksi Basah Tertutup	22
2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	24
2.4.1 Prinsip Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	25
2.4.2 Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom	26
2.5 Uji Two Way Annova	27
2.6 Sayuran dalam Perspektif Islam.....	29
BAB III METODOLOGI	
3.1 Waktu Dan Tempat Penelitian	32
3.2 Jenis Penelitian	32
3.3 Alat Dan Bahan	33
3.3.1 Alat	33
3.3.2 Bahan	33

3.4 Tahapan Penelitian	33
3.5 Metode Penelitian	33
3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel	33
3.5.2 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).....	34
3.5.2.1 Optimasi Alat	34
3.5.2.2 Pembuatan Kurva Standar Logam Timbal (Pb)	34
3.5.3 Penentuan Sampel Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah 35	
3.5.3.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka	35
3.5.3.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup.....	35
3.5.4 Penentuan Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Kangkung	36
3.5.5 Analisis Data	37
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel	40
4.2 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	41
4.2.1 Optimasi Alat	41
4.2.2 Pembuatan Kurva Standart Timbal (Pb)	43
4.3 Penentuan Sampel Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah	45
4.3.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka.....	45
4.3.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup	48
4.4 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Pada Timbal (Pb).....	51
4.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Masing-Masing Sampel ..	55
4.6 Kajian Hasil Penelitian Menurut Perspektif Islam.....	57
BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	60
5.2 Saran	60
DAFTAR PUSTAKA	61

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan gizi dalam 100gr sayur kangkung.....	13
Tabel 2.2 Empat Kategori Timbal (Pb) dalam Darah Orang Dewasa	16
Tabel 2.3 Batas Maksimum cemaran Timbal dalam pangan	18
Tabel 2.4 Kondisi SSA untuk analisis beberapa Logam	24
Tabel 3.1 Volume perbandingan zat pendestruksi	36
Tabel 3.2 Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)	37
Tabel 3.3 Variasi Metode dan Pengulangan	38
Tabel 4.1 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal (Pb)	42
Tabel 4.2 Konsentrasi Rata-rata Logam Pb metode destruksi basah terbuka	47
Tabel 4.3 Konsentrasi Rata-rata Logam Pb metode destruksi basah tertutup	50
Tabel 4.4 Hasil Uji <i>One Way Annova</i>	54



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Tanaman Kangkung Darat	9
Gambar 2.2 Kangkung Air.....	10
Gambar 2.3 Skema Umum Komponen Pada Alat SSA.....	26
Gambar 4.1 Hasil Preparasi Sampel yang siap di Analisis	41
Gambar 4.2 Grafik Kurva Standar Timbal (Pb).....	44
Gambar 4.3 Diagram Perbandingan konsentrasi Pb	52
Gambar 4.4 Diagram Konsentrasi Pb Masing-Masing Sampel	55



DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Reaksi Antara HNO_3 Dengan Senyawa Organik	14
Persamaan 2.2 Reaksi gas NO	15
Persamaan 3.1 Hukum Lambert	37
Persamaan 3.2 Hukum Konsentrasi Sebenarnya.....	38



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian	64
Lampiran 2 Skema Kerja	65
Lampiran 3 Perhitungan	68
Lampiran 4 Dokumentasi	78



ABSTRAK

Laili, Rahmatul. 2016. **Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Kangkung Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah Dan Zat Pengoksidasi**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata Kunci : Kangkung, Timbal, Destruksi Basah, Zat Pengoksidasi, SSA

Kangkung adalah sayuran yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat, akan tetapi masih belum terjamin keamanannya. Kangkung yang dijual di pasaran diindikasikan tercemar logam berat yang disebabkan oleh faktor polusi udara dari kendaraan bermotor ketika proses pengantaran dari pemasok ke pasar, sistem penanaman yang tercemar oleh logam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) dalam kangkung menggunakan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory*, yang meliputi: pemilihan sampel yang meliputi kangkung darat dan kangkung air. Preparasi sampel dilakukan dengan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi. Metode destruksi basah yang digunakan adalah destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup (*Refluks*) dengan variasi zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); HNO_3 . Penentuan kadar logam timbal (Pb) diukur menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Kadar timbal (Pb) terukur yang paling tinggi dari metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik selanjutnya digunakan untuk menentukan kadar timbal (Pb) pada masing-masing sampel. Hasil penelitian didapatkan metode destruksi terbaik adalah destruksi basah tertutup (*Refluks*) dengan zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) dengan rata-rata kadar logam timbal (Pb) terukur 11,548 mg/Kg. Kemudian untuk konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) pada sampel kangkung darat dan kangkung air berturut-turut adalah 7,539 mg/Kg dan 8,478 mg/Kg.

ABSTRACT

Laili, Rahmatul. 2016. **Determination of Leads (Pb) in Kale through Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) using Wet Destruction Methode and a Variety of Oxidator Solution.** Thesis. Chemistry Departement, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Supervisor II: Ahmad Hanapi M.Sc; Consultant: Susi Nurul Khalifah M.Si

Keywords : Kale, Lead, Wet Destruction, Oxidator Solution, AAS

Kale is a kind of vegetable that is consumed by the public, but not yet secured. Kale sold in the market may contain of heavy metal caused by air pollution from motor vehicles when the process of delivery from suppliers to the market, and cultivation systems contaminated by metals. This research aims to know determination of lead (Pb) in land kale and water kale using variety of wet destruction method and oxidator solution through Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). This research uses experimental laboratory, including selecting sample of land kale and water kale. Prepared with variety wet destruction method and oxidator solution. Wet Destruction method that is used is open wet destruction and closed wet destruction (refluks) with a variety of oxidator solution $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); HNO_3 . Determination of lead (Pb) is measured by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). Highest measured lead (Pb) from at destruction and the best oxidator solution afterwards is used for determining lead (Pb) for each sample. The result produced by the best destruction method is wet closed (refluks) with mixed oxidator solution $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) contained 11,548 mg/Kg. The average concentration of lead (Pb) in the land kale and water kale are 7,539 mg/Kg; 8,478 mg/Kg.

الملخص

اليل، رحمة. 2016. تحديد مستويات المعادن الرصاص (Pb) في اللفت في القياس الطيفي للامتصاص الذري (AAS) طريق التغيير طريقة تدمير الرطب ومادة المؤكسد شعبة الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج . المشرف الأولى: ديانا جاندر ديوي، الماجستير. المشرف الثاني: أحمد حنفي، الماجستير. مستشار: سوسي نور الخليفة، الماجستير

كلمات الرئيسية: اللفت، والرصاص، وتدمير الرطب، المواد المؤكسد، AAS

اللفت هو الخضر التي الكثير من يستهلكها المجتمع , و لكن لم المضمون. وأشار اللفت التي تباع في السوق العوامل المعدنية الملوثة الثقيلة الناجمة عن تلوث الهواء من السيارات عند التسليم من المورد إلى السوق، والأنظمة التي الملوثة بالمعادن زراعة المحاصيل. وتهدف هذه التجربة إلى تحديد مستويات المعادن الرصاص (Pb) في اللفت باستخدام أشكال مختلفة من طريقة الهضم الرطب ومادة المؤكسد في القياس الطيفي للامتصاص الذري (AAS). النوع الدراسة هو المخبرية التجريبية، والتي تشمل: اختيار عينة تشمل الأراضي اللفت واللفت والمياه. وقد تم إعداد نموذج من خلال تغيير طريقة الهضم الرطب وعامل مؤكسد. طريقة الهضم الرطب المستخدم هو الهضم الرطب المفتوحة وتدمير الرطب المغلقة مع مجموعة متنوعة من عامل مؤكسد HNO_3 ; $HNO_3 + HClO_4$ $HNO_3 + HClO_4$ (5:1); $HNO_3 + HClO_4$ (3:1); $HNO_3 + HClO_4$ (1:1) و $HNO_3 + HClO_4$ (8:1). . تحديد مستويات المعادن الرصاص (Pb) باستخدام القياس الطيفي للامتصاص الذري (AAS). مستويات الرصاص (Pb) قياس أعلى من طريقة الهضم الرطب وكيل القادم أفضل المؤكسد المستخدمة لتحديد مستوى الرصاص (Pb) في كل علامة تجارية . أظهرت نتيجة الدراسة يعنى طريقة التدمير أفضل الهضم الرطب (الجزر) مع عامل مؤكسد خليط يعنى $HNO_3 + HClO_4$ (1:1) مع متوسط تحديد مستوى الرصاص (Pb) قياس 11.548 ميل غرام / كيل غرام . ثم لمتوسط تركيز مستوى الرصاص (Pb) في عينات من السباتخ المياه الجوفية والمياه اللفت التوالي هو 7,539 ميل غرام / كيل غرام و 8,478 ميل غرام / كيل غرام

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sayuran dalam kehidupan makhluk hidup terutama manusia memiliki peranan penting dalam pemenuhan kebutuhan hidup yaitu kebutuhan pangan dan peningkatan gizi. Hal ini dikarenakan sayuran adalah sumber mineral, serat dan vitamin yang sangat dibutuhkan untuk kesehatan tubuh manusia. Hampir semua masyarakat Indonesia sudah mengenal sayuran terutama kangkung.

Kangkung yang tumbuh di daerah Indonesia adalah kangkung air (*Ipomoea aquatica* Forssk) dan kangkung darat (*Ipomoea reptans* Poir). Kangkung merupakan sayuran yang banyak ditemukan di beberapa wilayah Negara yaitu India, Cina, Asia Tenggara terutama Indonesia (Austin, 2007). Kangkung tergolong sayuran yang banyak peminatnya, karena enak, murah dan mudah didapatkan. Kangkung dapat digunakan sebagai sayuran pada bagian daun dan batangnya. Sayuran ini banyak mengandung vitamin A, vitamin C, mineral terutama zat besi yang mempunyai fungsi sebagai pertumbuhan dan kesehatan tubuh manusia (Dibiyantoro, 1996).

Al-Qur'an telah menjelaskan kepada manusia tentang pentingnya makanan, sayuran dan pengaruhnya terhadap kesehatan. Allah menganjurkan kepada seluruh manusia untuk memperhatikan halal dan baiknya makanan dan sayuran yang dikonsumsi seperti dalam firman-Nya dalam Qur'an Surah Al Baqarah ayat 168 yang berbunyi :

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



Artinya : *“Hai manusia, makanlah yang halal lagi baik dari apa yang terdapat di bumi dan janganlah kamu mengikuti langkah-langkah syaithan; karena sesungguhnya syaithan adalah musuh yang nyata bagimu.”* (QS. Al Baqarah: 168)

Pada umumnya Allah SWT membolehkan manusia untuk mengkonsumsi makanan dan sayuran yang ada di muka bumi kecuali ada nash yang menyatakan keharamannya. Namun, ayat di atas menjadi penjelas bahwa Allah SWT telah menganjurkan manusia untuk memakan makanan yang halal dan baik serta bermanfaat bagi tubuh dan akal pikiran, tentunya untuk kebaikan manusia. Makanan yang halal tersebut adalah makanan yang didasarkan pada zat itu sendiri maupun cara mendapatkannya, sedangkan makanan yang baik adalah makanan tersebut tidak membahayakan jika dikonsumsi. Oleh karena itu, sebagai hamba Allah SWT yang diberikan kelebihan berupa akal, hendaknya manusia memperhatikan makanan yang masuk ke dalam tubuhnya sehingga tidak membahayakan kesehatan.

Salah satu logam yang berbahaya yaitu Pb (timbal). Timbal (Pb) yang terdapat secara alami di dalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami. Timbal (Pb) bersifat toksik jika terhirup atau tertelan oleh manusia (Supriyanto, 2009). Apabila makanan dan minuman yang mengandung logam berat timbal (Pb) dalam jumlah tinggi masuk ke dalam tubuh manusia akan mengakibatkan gangguan pada sistem saraf, pertumbuhan fisik terhambat, gangguan reproduksi, peka terhadap penyakit infeksi, kelumpuhan dan kematian dini, serta dapat juga menurunkan tingkat kecerdasan anak (Darmono, 1995).

Pemasok logam berat dalam tanah pertanian khususnya kangkung antara lain bahan agrokimia (pupuk dan pestisida), asap kendaraan bermotor, bahan bakar minyak, pupuk organik, buangan limbah rumah tangga, industri, dan pertambangan (Alloway, 1990). Hal-hal yang berkenaan dengan kontaminasi pada bahan makanan dan sayuran khususnya pada sayuran kangkung perlu mendapatkan perhatian yang khusus. Mengingat ambang batas maksimum cemaran logam Pb dalam bahan pangan khususnya buah dan sayur sebesar 0,5 mg/Kg SNI No. 7387 : 2009.

Penelitian terhadap kandungan logam timbal (Pb) pada sayur kangkung telah dilakukan oleh peneliti diberbagai wilayah. Hasil penelitian yang dilakukan Baysa *et al.*(2006) menyatakan bahwa akumulasi logam berat Pb dan Cd pada sayuran kangkung yang hidup di daerah Laguna de Bay terdapat pada bagian akar dan daun dengan kisaran kandungan logam Pb 0,259–8,72 mg/Kg berat kering.

Meningkatnya penggunaan kendaraan bermotor di kota besar juga merupakan salah satu faktor terbesar logam berat di udara. Sayuran dapat menjadi mediator penyebaran logam berat pada makhluk hidup karena masuknya logam tersebut pada tumbuhan melalui akar dan mulut daun (stomata). Sayuran mengandung Pb yang cukup tinggi bila ditanam di dekat jalan raya. Hal ini disebabkan oleh kontaminasi debu dan asap kendaraan dari bahan bakar yang mengandung logam timbal (Pb).

Penelitian yang 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. Penelitian

yang telah dilakukan oleh Erdayanti (2015) pada sayur kangkung dan bayam yang ditanam di salah satu kebun sayur di daerah Kartama Pekanbaru dengan menggunakan metode destruksi basah dengan menggunakan *Hotplate*. Penelitian ini memperoleh hasil kandungan logam Pb berkisar (1,6418 mg/Kg) yang melebihi ambang batas cemaran logam timbal (Pb).

Metode yang digunakan untuk menentukan kadar logam Pb pada kangkung yaitu metode destruksi. Destruksi merupakan suatu proses penghancuran atau pelarutan sampel untuk merubah sampel menjadi bahan yang dapat diukur. Terdapat dua macam metode destruksi yaitu destruksi basah dan destruksi kering. Destruksi basah tidak menggunakan suhu tinggi dalam proses destruksi, akan tetapi menggunakan berbagai macam larutan asam pengoksidasi pekat. Perombakan sampel organik pada destruksi basah dilakukan dengan menggunakan asam-asam kuat (Raimon, 1993).

Pada metode destruksi basah dekomposisi sampel dilakukan dengan cara menambahkan pereaksi asam tertentu ke dalam suatu bahan yang dianalisis. Asam-asam yang digunakan adalah asam-asam pengoksidasi kuat seperti H_2SO_4 , HNO_3 , H_2O_2 , $HClO_4$ atau campurannya. Metode destruksi basah dibagi menjadi dua yaitu destruksi basah terbuka dengan menggunakan *Hotplate* dan destruksi basah tertutup dengan menggunakan *refluks*. Diharapkan dari kedua metode ini menghasilkan kadar logam timbal yang terbaik.

Pemilihan jenis zat asam pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal pernah dilakukan dalam beberapa penelitian. Penelitian di Iran oleh Maleki dkk, (2014) melakukan analisis kandungan kadar logam timbal (Pb), kadmium (Cd), krom (Cr), dan tembaga (Cu) pada ketumbar, biji-bijian dan lobak dilakukan

dengan destruksi basah terbuka menggunakan variasi zat pengoksidasi asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 1:1. Penelitian di India oleh Malik (2014) melakukan analisis kandungan kadar logam timbal (Pb), dan kadmium (Cd) pada akar dan daun wortel dilakukan dengan destruksi basah terbuka dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 3:1. Sedangkan Penelitian Naser (2009) mengenai analisis logam berat timbal (Pb), kadmium (Cd), dan nikel (Ni) menggunakan SSA pada sampel sayur bayam, tomat, dan kembang kol di area tercemar di Bangladesh menggunakan metode destruksi basah dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 5:1.

Berdasarkan pada penelitian yang dilakukan sebelumnya, maka pemilihan jenis zat pengoksidasi terbaik perlu dilakukan. Seperti yang dinyatakan oleh Kristianingrum (2012) bahwa untuk mendapatkan kadar logam yang maksimal, pemilihan jenis asam pengoksidasi terbaik sangat penting. Oleh karena itu, preparasi sampel kangkung dilakukan dengan menggunakan variasi zat pengoksidasi berupa $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); HNO_3 .

Prosedur analisis yang digunakan untuk mendestruksi 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 relative

sederhana dan tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam pelaksanaannya serta memberikan kadar total logam timbal dalam sampel.

Berdasarkan uraian tersebut, maka dilakukan penelitian yang bertujuan untuk menganalisis kadar logam timbal (Pb) pada kangkung dengan menggunakan variasi metode destruksi terbuka dan tertutup serta zat pengoksidasi terbaik secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Penggunaan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik bertujuan untuk mendapatkan kadar logam timbal yang maksimal. Hal ini dikarenakan jenis pelarut sangat berpengaruh terhadap destruksi sampel yang akan dianalisis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan sebagai berikut :

1. Bagaimana pengaruh variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi terhadap analisis logam timbal (Pb) dalam kangkung menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ?
2. Apakah kadar logam timbal (Pb) dalam kangkung sesuai Standart Nasional Indonesia (SNI) ?

1.3 Tujuan Penelitian

Dari uraian rumusan masalah diatas, maka tujuan dari penelitian ini sebagai berikut :

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi terhadap analisis logam timbal (Pb) pada kangkung menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Untuk mengetahui kesesuaian kandungan logam timbal (Pb) pada kangkung berdasarkan Standart Nasional Indonesia (SNI).

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sampel yang digunakan adalah bagian daun dan batang dengan jenis kangkung darat (*Ipomea reptans Poir*) dan kangkung air (*Ipomea aquatica Forsk.*) yang dijual di Pasar Tradisional Singosari Malang.
2. Metode yang digunakan adalah metode destruksi basah terbuka serta destruksi basah tertutup menggunakan (*refluks*).
3. Variasi pelarut asam pendestruksi yang digunakan dalam analisis cemaran logam timbal (Pb) adalah $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); HNO_3 .

1.5 Manfaat penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini diantaranya sebagai berikut :

1. Memberikan informasi tentang pengaruh penggunaan variasi metode destruksi dan pelarut zat pengoksidasi.
2. Memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan logam timbal pada kangkung dengan kesesuaian SNI dalam sayuran.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kangkung

Kangkung yang mempunyai nama ilmiah (*Ipomoea aquatica* Forsk.) pada kangkung air dan (*Ipomoea reptans* Poir) pada kangkung darat merupakan tanaman air yang banyak ditemukan di beberapa wilayah Negara India, Cina, Asia Tenggara terutama Indonesia. Cara pertumbuhan sayuran ini adalah merambat dan dapat mengapung di dalam air (Austin, 2007).

Kangkung adalah sayuran yang dapat tumbuh lebih dari satu tahun. Kangkung memiliki akar tunggang dan cabang-cabang akarnya menyebar. Batang Kangkung bulat dan berlubang yang mengandung air (herbaceous), dan setelah tumbuh lama batangnya akan menjalar. Kangkung dapat diperbanyak dengan stek batang sepanjang 30 cm dengan 6–8 ruas yang ditanamkan pada tanah yang lembek atau berair dan dapat juga dengan penanaman dari biji pada tanah (Djuriah, 2007).

Bagian kangkung yang paling banyak digunakan adalah batang dan daunnya. Berbagai jenis masakan yang dapat diolah dari bahan baku kangkung adalah: pencampur lotek, pecel, sayur tumis, lalapan, oseng-oseng, cah kangkung, asam-asam, semur, sayur bening, sayur asam, sayur bobor, sayur podomoro, dan peleceng kangkung (Rukmana, 2003).

2.1.1 Morfologi Kangkung

Kangkung memiliki tangkai daun yang melekat pada buku-buku batang dan ketiak daunnya terdapat mata tunas sehingga tumbuh percabangan baru. Daun kangkung berbentuk tirus, permukaan daun bagian atas dan bawah berwarna hijau tua. Kangkung mempunyai batang menjalar dengan daun berselang dan batang menegak pada pangkal daun. Kangkung memiliki cabang-cabang akar menyebar ke semua arah, dapat menembus tanah sampai kedalaman 60 hingga 100 cm, terutama pada jenis kangkung air. Bentuk biji kangkung bersegi-segi atau tegak bulat dan berwarna coklat atau kehitam-hitaman. Bijinya berkeping dua yang berfungsi sebagai penyerbukan generatif (Lovure, 2013).

Selama fase pertumbuhannya kangkung dapat berbunga, terutama kangkung air. Bentuk bunga kangkung umumnya berbentuk “terompet” dan daun mahkota bunga berwarna putih atau merah lembayung. Buah kangkung berbentuk bulat berisi tiga butir biji. Umur buah kangkung tidak lama (Rukmana, 2003).

2.1.2 Varietas Tanaman Kangkung

2.1.2.1 Kangkung Darat



Gambar 2.1 Tanaman Kangkung Darat (*Ipomea reptans* Poir)

Kangkung darat diklasifikasikan sebagai berikut (Lovure, 2013) :

Kingdom	: Plantea
Divisio	: Spermatophyta
Sub Divisio	: Angiospermae
Kelas	: Icotyledoneae

Ordo : Convolvulaceae
Familia : Convolvulaceae
Genus : Ipomea
Spesies : *Ipomea reptans* Poir

Kangkung darat mempunyai warna akar lebih terang dari pada akar kangkung air, serta memiliki akar yang lebih kuat dan lebih panjang dari pada kangkung air. Batang nya bewarna putih kehijau-hijauan, dan ruas-ruasnya lebih besar dari pada kangkung air. Daun kangkung darat lebih kecil dari pada kangkung air dan warnanya hijau muda. Kangkung darat lebih banyak berbiji dari pada kangkung air. Itu sebabnya kangkung darat diperbanyak lewat biji, sedangkan kangkung air dengan stek pucuk batang (Dibiyantoro, 1996).

2.1.2.2 Kangkung Air



Gambar 2.2 Kangkung Air (*Ipomea aquatica* Forsk.)

Kangkung air diklasifikasikan sebagai berikut (Lovure, 2013) :

Kingdom : Plantea
Divisio : Spermatophyta
Sub Divisio : Angiospermae
Kelas : Icotyledoneae
Ordo : Convolvulaceae
Familia : Convolvulaceae
Genus : Ipomoea
Spesies : *Ipomoea aquatica* Forsk.

Kangkung air mempunyai akar lebih pendek, bewarna tua dari pada kangkung darat dan tumbuh menjalar dengan percabangan yang cukup banyak.

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

Kangkung air memiliki karangan bunga di ketiak, bentuk payung atau mirip terompet, berbunga sedikit. Terdapat daun pelindung tetapi kecil. Tonjolan dasar bunga bentuk cincin, tangkai putik berbentuk benang, kepala putik berbentuk bola rangkap. Bentuk buahnya bulat telur di dalamnya berisi 3–4 butir biji. Bentuk biji bersegi-segi agak bulat dan berwarna coklat atau kehitam-hitaman. Habitat tumbuh kangkung air di tempat yang lembab, daerah rawa, sawah, pinggir-pinggir jalan yang tergenang (Dibiyantoro, 1996).

2.1.3 Syarat Tumbuh Tanaman Kangkung

1. Iklim

Kangkung mempunyai daya adaptasi cukup luas terhadap kondisi iklim tropis dan dapat ditanam di berbagai daerah atau wilayah di Indonesia. Diutamakan lokasi lahannya terbagi atau sinar matahari yang cukup. Suhu yang dibutuhkan tanaman kangkung yaitu rata-rata 20–30⁰C dengan kelembaban daerah. Kangkung sangat kuat menghadapi panas terik dan kemarau yang panjang dengan kelembaban 60% (Lovure, 2013).

2. Jenis Tanah

Kangkung baik ditanam di berbagai jenis tanah terutama tanah yang kaya dengan bahan organik serta saluran air yang baik dengan pH 5,3–6,0. Kangkung menghendaki tanah yang subur, gembur, dan tidak dipengaruhi keasaman tanah.

Kangkung darat tidak menghendaki tanah yang tergenang, karena akar akan mudah membusuk. Sedangkan kangkung air membutuhkan tanah yang selalu tergenang air. Kangkung membutuhkan tanah datar bagi pertumbuhannya, sebab tanah yang memiliki kelerengan tinggi tidak dapat mempertahankan kandungan air secara baik (Lovure, 2013).

3. Ketinggian Tempat

Baik kangkung darat maupun kangkung air dapat tumbuh dan berproduksi dengan baik di dataran rendah sampai dataran tinggi (Pegunungan) \pm 2000 mdpl. Hasilnya akan tetap sama asal jangan dicampur aduk (Lovure, 2013).

4. Cara Penanaman

Cara penanaman kangkung darat dapat diperbanyak dengan biji. Untuk luas lahan satu hektar diperlukan benih sekitar 2,5 kg biji kangkung. Biji-biji tersebut ditanam pada lubang-lubang kecil yang telah disiapkan dengan jarak 20–30 cm dan setiap lubang diisi dengan 2 atau 3 biji kangkung. Sebelum menanam biji sebaiknya lahan digemburkan terlebih dahulu atau di cangkul sedalam 30 cm kemudian diberi pupuk kandang atau kompos sebanyak $0,5 \text{ kg/m}^2$ (Lovure, 2013).

Cara penanaman kangkung air dapat dikembangkan dengan stek batang yang panjangnya kira-kira 20–25 cm. Stek ditanam langsung pada lumpur sawah atau kolam yang telah disiapkan dengan kondisi airnya dangkal. Jarak tanam antara satu stek dengan stek lainnya 20 cm x 30 cm (Lovure, 2013).

2.1.4 Kandungan Gizi Tanaman Kangkung

Kandungan gizi dalam dalam tiap 100 gram sayuran kangkung segar adalah :

Tabel 2.1 Kandungan Gizi Dalam Tiap 100 gram Sayuran Kangkung Segar Menurut Direktorat Gizi Depkes R.I. (1981)

Komposisi Gizi	Banyaknya Kandungan gizi	Banyaknya Kandungan gizi
Kalori	30,00 kal	29,00 kal
Protein	3,90 gr	3,00 gr
Lemak	0,60 gr	0,30 gr
Karbohidrat	4,40 gr	5,40 gr
Serat	1,40 gr	-
Kalsium	71,00 mg	73,00 mg
Fosfor	67,00 mg	50,00 mg
Zat besi	3,20 mg	2,50 mg
Natrium	49,00 mg	-
Kalium	458,00 mg	-
Vitamin A	4825,00 mg	6300,00 mg
Vitamin B1	0,09 mg	0,07 mg
Vitamin B2	0,24 mg	-
Vitamin C	59,00 mg	32,00 mg
Air	-	89,70 mg

Kangkung merupakan sayuran yang mengandung serat tinggi. Serat makanan (*diatery fiber*) merupakan komponen dalam tanaman yang tidak dicerna secara enzimatik menjadi bagian-bagian yang dapat diserap saluran pencernaan. Serat terdiri atas berbagai substansi yang kebanyakan di antaranya adalah karbohidrat kompleks. Serat makanan dibagi menjadi dua kelompok, yaitu serat larut (*soluble fiber*) dan serat tidak larut (*insoluble fiber*). Kangkung termasuk dalam sayuran yang serat larut. Serat dalam tubuh dapat bermanfaat sebagai bahan pencegah kanker, menurunkan kolesterol, mencegah sembelit, mengontrol kadar gula darah dan mengontrol berat badan (Gunawan, 2002).

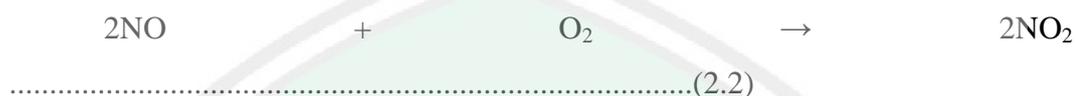
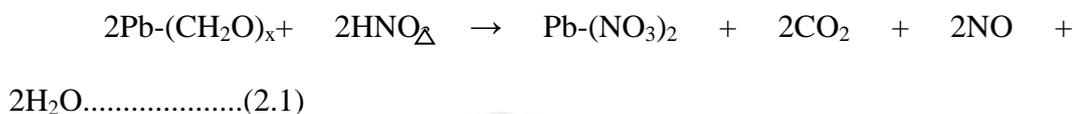
Kangkung diketahui memiliki kandungan vitamin dan mineral yang cukup banyak. Kangkung bisa bermanfaat sebagai anti toksin, anti radang, dapat mengatasi insomnia dan sebagai peluruh kencing. Kangkung juga mampu mengatasi mimisan dengan cara meminum air rebusan kangkung. Kangkung juga dapat mengobati sakit kepala. Sementara akar kangkung yang direbus, air nya bisa untuk mengobati penyakit ambien (Lovure, 2013).

Kangkung bisa membantu mengatasi sembelit. Kangkung juga kaya akan zat besi yang sangat penting untuk tubuh kita, karena kekurangan zat besi bisa menyebabkan lemas, pusing dan pandangan yang kabur. Kangkung juga dapat menghambat penyerapan kadar gula pada tubuh. Bagi penderita diabetes mellitus, maka bisa mengkonsumsi kangkung secara rutin. Kangkung juga mengandung mineral seng dan selenium yang dapat mengendurkan saraf dan membuat tidur semakin lelap. Kangkung juga memiliki kandungan vitamin C yang cukup tinggi, juga mengandung vitamin A dan B kompleks serta omega 3 (Lovure, 2013).

2.2 Logam Timbal (Pb)

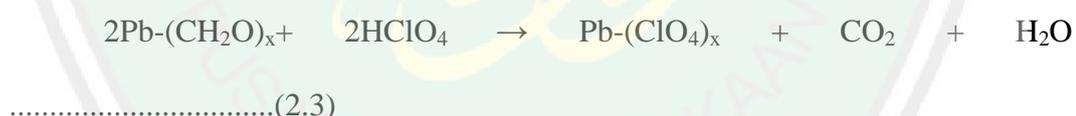
Timbal (Pb) adalah suatu unsur dalam tabel periodik yang memiliki lambang Pb dan nomor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa latin *plumbum*. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia. Mempunyai nomor atom 82 dengan bobot 207,2. Logam timbal (Pb) merupakan logam yang berbentuk padat yang tahan korosi, berwarna putih-kebiruan mengkilap, lunak, memiliki kerapatan yang besar, mudah ditempa, dan mempunyai titik lebur rendah sekitar 327,5°C, titik didih 1740°C, serta sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi, 2004).

Logam timbal mudah larut dalam asam nitrat yang kepekatannya 8 M dan terbentuk juga nitrogen oksida (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. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, unsur yang diteliti terlepas dari ikatannya dengan bahan organik, kemudian diubah ke dalam bentuk garamnya menjadi Pb-(NO₃)₂ yang mudah larut dalam air.

Selain itu timbal juga dapat larut dalam asam perklorat (Wulandari dan Sukei, 2013):



Banyak penelitian tentang analisis logam timbal (Pb) pada sayuran khususnya sayur kangkung yaitu Hasil penelitian yang dilakukan Baysa *et al.* (2006) menyatakan bahwa akumulasi logam berat Pb dan Cd pada tanaman kangkung yang hidup di daerah Laguna de Bay terdapat pada bagian akar dan daun dengan kisaran kandungan logam Pb 0,259–8,72 mg/Kg berat kering. Sedangkan Penelitian yang dilakukan oleh Trianni (2010), yang memperoleh hasil kandungan logam Pb berkisar 1,64–2,82 mg/Kg yang melebihi ambang batas cemaran logam timbal (Pb) 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.

Penelitian yang telah dilakukan oleh Erdayanti (2015) pada sayur kangkung dan bayam yang ditanam di salah satu kebun sayur di daerah Kartama Pekanbaru dengan menggunakan metode destruksi basah dengan menggunakan *Hotplate* secara SSA . Penelitian ini memperoleh hasil kandungan logam Pb berkisar (1,6418 mg/Kg).

2.2.1 Penggunaan Timbal

Timbal dan persenyawaannya banyak digunakan dalam berbagai bidang. Dalam industri baterai, timbal digunakan sebagai *grid* yang merupakan *alloy* (suatu persenyawaan) dengan logam bismut (Pb-Bi) (Palar, 2004).

Perkembangan industri kimia, dikenal pula zat aditif yang dapat ditambahkan ke dalam bahan bakar kendaraan bermotor. Persenyawaan yang dibentuk dari logam Pb sebagai zat aditif ini ada dua jenis, yaitu $(\text{CH}_3)_4\text{-Pb}$ (tetrametil-Pb) dan $(\text{C}_2\text{H}_5)_4\text{-Pb}$ (tetraetil-Pb) (Palar, 2004).

2.2.2 Keracunan Logam Timbal (Pb)

Sumber asupan timbal (Pb) bagi sebagian besar manusia adalah makanan atau minuman yang biasanya menyumbang 0,1– 0,3 mg/hari. Timbal (Pb) yang masuk ke dalam tubuh senyap 0,6 mg/hari dapat menyebabkan keracunan timbal (Pb) (Homan dan Brogan, 1993). Menurut WHO (1987) untuk mengantisipasi akumulasi timbal (Pb) dalam tubuh, seperti yang telah ditetapkan *Acceptable Daily Intake* (ADI) yaitu 50 $\mu\text{g/Kg}$ BB untuk orang dewasa dan 25 $\mu\text{g/Kg}$ BB untuk anak-anak.

Tabel 2.2 Empat kategori Timbal (Pb) dalam darah orang dewasa

Kategori	$\mu\text{g Pb}/100$ ml Darah	Deskripsi
A (normal)	< 40	Tidak terkena paparan atau tingkat paparan normal.
B (dapat ditoleransi)	40–80	Pertambahan penyerapan dari keadaan terpapar tetap masih bisa ditoleransi.
C (Berlebih)	80–120	Kenaikan penyerapan dan keterpaparan yang banyak dan mulai memperlihatkan tanda-tanda keracunan.
D (tingkat bahaya)	>120	Penyerapan mencapai tingkat bahaya dengan tanda-tanda keracunan ringan sampai berat.

Sumber : DepKes (2001)

Logam Timbal dapat masuk dalam tubuh melalui pernapasan, makanan, dan minuman. Timbal (Pb) tidak dibutuhkan oleh manusia sehingga bila makanan atau minuman tercemar oleh logam tersebut, tubuh akan mengeluarkannya sebagian dan sisanya akan terakumulasi dalam tubuh yang dapat menyebabkan gangguan dan kerusakan pada saraf, batu ginjal, dan otak. Keracunan timbal (Pb) pada bayi dan anak-anak dapat menyebabkan *ensefalopati*, gangguan mental, dan penurunan kecerdasan (Setyawan, 2004).

Dampak kronis dari keterpaparan timbal diawali dengan kelelahan, kelesuan, iritabilitas, dan gangguan gastrointestinal. Keterpaparan yang terus-menerus pada sistem syaraf pusat menunjukkan gejala insomnia (susah tidur), bingung atau pikiran kacau, konsentrasi berkurang, dan gangguan ingatan. Beberapa gejala lain yang diakibatkan keterpaparan timbal secara kronis di antaranya adalah kehilangan libido, infertilitas pada laki-laki, gangguan menstruasi, serta aborsi spontan pada wanita. (Naria, 2005).

Logam Pb juga dapat masuk melalui saluran pencernaan, terutama pada anak-anak dan orang dewasa dengan kebersihan perorangan yang kurang baik. Absorpsi Pb udara pada saluran pernafasan $\pm 40\%$ dan pada saluran pencernaan \pm

5–10%, kemudian Pb didistribusikan ke dalam darah \pm 95% terikat pada sel darah merah, dan sisanya terikat pada plasma. Sebagian Pb disimpan pada jaringan lunak dan tulang. Ekskresi terutama melalui ginjal dan saluran pencernaan (Saryan & Zenz, 1994).

2.2.3 Batas Kadar Logam Timbal Pada Makanan

Menurut Badan Standardisasi Nasional yaitu SNI (Standar Nasional Indonesia) tentang batas maksimum cemaran logam berat dalam pangan (ICS 67.220.20) pada tahun 2009 menyatakan bahwa batas maksimum kandungan logam berat timbal (Pb) pada buah dan sayur serta hasil olahannya adalah 0.5 mg/Kg. Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor HK.00.06.1.52.4011 tentang penetapan batas maksimum cemaran mikroba dan kimia dalam makanan yang ditetapkan di Jakarta pada tanggal 28 Oktober 2009 juga menyatakan bahwa batas maksimum kandungan logam berat timbal (Pb) dalam buah olahan dan sayur olahan adalah 0.5 ppm atau mg/Kg. hal ini sesuai Tabel 2.3 (Batas maksimum cemaran Timbal (Pb) dalam pangan) :

Tabel 2.3 Batas Maksimum Cemaran Timbal (Pb) Dalam Pangan Menurut SNI No. 7387 : 2009

No. Kategori Pangan	Kategori Pangan	Batas Maksimum
08.0	Daging dan produk daging, termasuk daging unggas dan	200,0 mg/kg
13.0	daging hewan buruan	152 mg/kg
14.0	Produk pangan untuk keperluan gizi khusus	150.0 mg/kg
01.0	Minuman dalam kemasan kaleng	0,02 mg/kg
02.0	Produk susu	0,1 mg/kg
04.0	Lemak, minyak dan emulsi minyak	0,5 mg/kg
05.0	Buah dan sayur serta hasil olahannya	1.0 mg/kg
06.0	Kembang gula/permen dan cokelat	1.0 mg/kg
07.0	Tepung terigu	0,5 mg/kg
08.0	Produk bakteri	1.0 mg/kg
09.0	Daging dan hasil olahannya	0,3 mg/kg
11.0	Ikan dan hasil olahannya	2,0 mg/kg

2.3 Metode Destruksi

Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis. Destruksi merupakan suatu proses penghancuran atau pelarutan sampel untuk merubah sampel menjadi bahan yang dapat diukur. Istilah destruksi ini disebut juga perombakan, yaitu dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik (Raimon, 1993). Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal dalam ilmu kimia yaitu destruksi basah (oksida basah) dan destruksi kering (oksida kering). Kedua destruksi ini memiliki teknik pengerjaan dan atau pendestruksian yang berbeda.

2.3.1 Destruksi Basah Terbuka

Dekstruksi basah yaitu pemanasan sampel (organik atau biologis) dengan adanya pengoksidasi kuat seperti asam-asam mineral baik tunggal maupun campuran. Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida. 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, 1999).

Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa dimungkinkan semua konstituen

yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik (Raimon, 1993).

Destruksi basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud mengurangi kehilangan mineral akibat penguapan (Apriyantono, 1989). Pada tahap selanjutnya, proses seringkali berlangsung sangat cepat akibat pengaruh asam perklorat atau hidrat peroksida. Destruksi basah pada umumnya digunakan untuk menganalisa arsen, tembaga, timah hitam, timah putih, dan seng.

Pada analisis timbal dalam sayur kangkung, Analisis kadar logam timbal (Pb) dilakukan menggunakan destruksi basah karena logam timbal (Pb) hanya memiliki titik leleh $327,46^{\circ}\text{C}$, apabila menggunakan destruksi kering dengan jalan pengabuan dalam tanur suhu $600\text{--}850^{\circ}\text{C}$, maka logam timbal (Pb) tersebut dimungkinkan tidak larut dalam asam pengoksidasinya, akan tetapi menguap ikut zat-zat organik, maka digunakan destruksi basah yang menggunakan suhu rendah dibawah titik leleh logam yang akan dianalisis.

Salah satu metode destruksi basah adalah terbuka dan tertutup. Metode destruksi basah terbuka menggunakan *Hotplate* dan metode destruksi tertutup menggunakan *refluks*.

Penelitian menggunakan metode destruksi basah dilakukan oleh Indrajati Kohar, dkk (2005) yaitu 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 porselen. Kemudian ditambahkan 10 mL HNO_3 pekat dan 3 mL

larutan HClO_4 60%, lalu dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 100–120°C sampai buih habis, dan HNO_3 hampir mengering dan 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. Ditambahkan larutan HNO_3 2% sampai volumenya menjadi 100,0 mL. Dikocok hingga homogen dan disaring. Kadar Pb diamati dengan ICP-MS pada panjang gelombang 283,3 nm. Hasil analisa rata-rata kandungan Pb dalam daun kangkung 0,264 mg/g; 0,400 mg/g; 0,428 mg/g; 0,714 mg/g dan batang kangkung 0,317 mg/g; 0,371 mg/g; 0,215 mg/g.

Penelitian yang dilakukan di Iran oleh Maleki dkk, (2014) melakukan analisis kandungan kadar logam timbal (Pb), kadmium (Cd), kromium (Cr), dan tembaga (Cu) pada ketumbar, biji-bijian dan lobak dengan metode destruksi basah terbuka menggunakan *hot plate* dan menggunakan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3), asam perklorat (HClO_4) dan asam sulfat (H_2SO_4) dengan perbandingan 1:1:1. Metode destruksi basah pada penelitian ini dilakukan dengan menimbang 1 gram seluruh bagian sampel, kemudian ditambah 10 mL campuran zat pengoksidasi (HNO_3 , HClO_4 , dan H_2SO_4). Setelah itu dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu 90°C sampai larutan berkurang 4 mL. Hasil destruksi diencerkan dengan air diionisasi hingga 100 mL. Kemudian kadar Pb dan Cu diamati dengan ICP-OES dan dianalisis data menggunakan SPSS. Hasil analisa rata-rata kadar logam timbal (Pb) yaitu 0,1 mg/Kg, kadar logam kadmium (Cd) sebesar 0,004 mg/Kg, kadar logam krom (Cr) sebesar 0,94 mg/Kg, dan kadar logam tembaga (Cu) sebesar 1,5 mg/Kg.

Penelitian di India oleh Malik (2014) melakukan analisis kandungan kadar logam timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada akar dan daun wortel dengan menggunakan metode destruksi terbuka menggunakan *hot plate* dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 3:1. Metode destruksi basah pada penelitian ini dilakukan dengan menimbang 1 gram seluruh bagian sampel, kemudian ditambahkan 15 mL campuran zat pengoksidasi (HNO_3 dan HClO_4). Lalu dipanaskan di atas *hot plate* hingga 5 mL. Kemudian hasil destruksi dibuat larutan kembali dengan aquades hingga larutan mencapai 50 mL. Setelah itu diamati kadar logam timbal (Pb) dan kadmium (Cd) dengan AAS. Hasil analisis yang diperoleh pada logam timbal (Pb) dalam akar wortel 0,183 $\mu\text{g/g}$ dan daun wortel 0,036 $\mu\text{g/g}$. Hasil kadar logam kadmium (Cd) dalam akar wortel 0,022 $\mu\text{g/g}$, dan daun wortel 0,016 $\mu\text{g/g}$.

Sedangkan penelitian Naser (2009) di Bangladesh mengenai kadar logam berat timbal (Pb), kadmium (Cd), dan nikel (Ni) dalam bayam, tomat, dan kembang kol menggunakan metode destruksi basah dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 5:1. Metode destruksi basah pada penelitian ini dilakukan dengan menimbang 1 gram sampel, kemudian ditambah 10 mL campuran zat pengoksidasi (HNO_3 dan HClO_4). Lalu dipanaskan dengan suhu 190°C selama 1,5 jam. Kemudian didinginkan, lalu hasil destruksi dibuat larutan kembali dengan aquades hingga larutan mencapai 30 mL. Setelah itu diamati kadar logam timbal (Pb), kadmium (Cd), dan nikel (Ni) dengan AAS VARIAN model AA 240. Hasil analisis dari ke-3 tanaman tersebut didapatkan rata-rata kadar logam timbal yaitu 1,13 $\mu\text{g/g}$, kadar logam kadmium sebesar 0,86 $\mu\text{g/g}$, dan kadar logam nikel sebesar 3,29 $\mu\text{g/g}$.

2.3.2 Destruksi Basah Tertutup

Destruksi basah terbuka campuran sampel dan reagen asam dipanaskan secara terbuka dengan *Hotplate*. Destruksi tertutup menggunakan *refluks* merupakan destruksi yang umum digunakan untuk analisis timbal dalam suatu sampel. *Refluks* digunakan untuk destruksi karena didasarkan pada sifat timbal yang mudah menguap pada suhu kamar (Kristianingrum, 2007). Oleh karena adanya kondensor pada *refluks* berfungsi untuk meminimalkan analit yang hilang akibat penguapan.

Prinsip dari metode *refluks* adalah pelarut volatile yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi, namun akan didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut yang tadinya dalam bentuk uap akan mengembun pada kondensor dan turun lagi ke dalam wadah reaksi, sehingga pelarut akan tetap ada selama reaksi berlangsung (Darmono, 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 (Darmono, 1995).

Ada tiga macam cara kerja dekstruksi basah, yaitu :

1. Dekstruksi basah menggunakan HNO_3 dan HClO_4
2. Dekstruksi basah menggunakan HNO_3 , H_2SO_4 dan HClO_4

3. Dekstruksi basah menggunakan HNO_3 , H_2SO_4 dan H_2O_2

Menurut Sumardi (1981) metode destruksi basah lebih baik dari pada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Hal ini merupakan salah satu faktor mengapa cara basah lebih sering digunakan oleh para peneliti. Di samping itu destruksi dengan cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama.

Menurut Raimon (1993) terdapat beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam menggunakan metode destruksi terhadap sampel, baik destruksi basah atau kering, antara lain:

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

2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah alat instrumentasi atau metode yang digunakan untuk mendeteksi atom-atom logam dalam fase gas. Metode ini lebih mengandalkan nyala untuk mengubah logam dalam larutan sampel menjadi atom-atom logam berbentuk gas yang digunakan untuk analisis kuantitatif dari logam yang terdapat dalam sampel (Rohman, 2007).

Analisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini mempunyai keuntungan berupa analisisnya sangat peka, teliti dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana, serta tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam

pelaksanaannya. Metode serapan sangatlah spesifik, logam-logam yang membentuk campuran kompleks dapat dianalisis, selain itu juga tidak memerlukan sumber energi yang besar (Khopkar, 1990).

Analisis menggunakan SSA juga lebih sensitif, spesifik untuk unsur yang ditentukan, dan dapat digunakan untuk penentuan kadar unsur yang konsentrasinya sangat kecil tanpa harus dipisahkan terlebih dahulu. Pemilihan panjang gelombang, kisaran kerja, batas deteksi dan tipe nyala yang digunakan untuk analisis logam terutama timbal (Pb) pada metode menggunakan spektroskopi serapan atom dapat bervariasi. Hal ini dijelaskan pada tabel 2.4 (Rohman, 2007) :

Tabel 2.4 Kondisi SSA Untuk Analisis Beberapa Logam

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	μ A	10,0
Lebar Celah	Nm	1,0
Tinggi Burner	Nm	2,0

2.4.1. Prinsip Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Analisis menggunakan SSA didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi dari sumber nyala atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar. Elektron pada kulit terluar yang akan mengalami eksitasi. Energi yang berasal dari lampu (sumber radiasi) menyebabkan atom timbal mengalami eksitasi (Pb^*) dari keadaan dasar (Pb^0) dengan menyerap energi sebesar $6,12 \cdot 10^{-7}$ Joule. Atom-atom keadaan dasar ini mampu menyerap energi cahaya pada panjang gelombang resonansi yang khas, yang pada umumnya adalah panjang gelombang radiasi yang

akan dipancarkan atom-atom itu bila tereksitasi dari keadaan dasar. Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis logam timbal menggunakan SSA sebesar 217 nm sebab panjang gelombang ini paling kuat menyerap garis transisi elektronik dari *ground state* ke keadaan tereksitasi. 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 (SSA) (Maria, 2009).

Apabila cahaya dengan panjang gelombang tertentu dilewatkan pada suatu atom yang bersangkutan maka sebagian cahaya tersebut akan diserap dan intensitas penyerapan akan berbanding lurus dengan banyaknya atom tersebut. Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi yaitu berdasarkan *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, 2010).

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan (Day & Underwood, 1989) :

$$A = -\log \frac{I_0}{I_t} = \epsilon bc = a \cdot b \cdot c$$

Dimana: I_0 = intensitas sumber sinar

I_t = intensitas sinar yang diteruskan

ϵ = absorbtivitas molar (mol/liter)

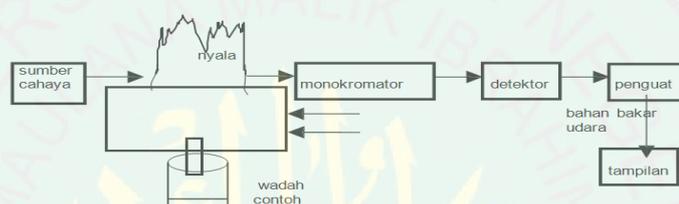
b = panjang medium atau tebal nyala (nm)

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

A = absorbansi

2.4.2 Instrumen Spektroskopi Serapan Atom

Adapun bagian-bagian dari Spektroskopi Serapan Atom (SSA) sebagai berikut (Rohman, 2007) :



Gambar 2.3 Komponen Spektroskopi Serapan Atom (sumber: Anshori, 2005)

1. Sumber Sinar

Sumber sinar yang lazim dipakai adalah lampu katoda berongga (hollow cathoda lamp). Lampu ini terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Katoda berbentuk silinder berongga yang terbuat dari logam atau dilapisi dengan logam tertentu. Tabung logam ini diisi dengan gas mulia (neon atau argon). Adapun kelemahan menggunakan lampu katoda berongga adalah satu lampu digunakan untuk satu unsur.

2. Tempat sampel

Dalam analisis dengan spektroskopi serapan atom, sampel yang akan dianalisis harus diuraikan menjadi atom-atom netral yang masih dalam keadaan asas yaitu menggunakan alat nyala (*flame*) dan dengan tanpa nyala (*flameless*).

3. Monokromator

Monokromator dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Dalam monokromator terdapat *chopper* (pemecah sinar), suatu alat yang berputar dengan frekuensi atau kecepatan perputaran tertentu.

4. Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengatoman. Biasanya menggunakan tabung penggandaan foton. Sistem deteksi dilakukan dengan memberikan respon terhadap radiasi resonansi dan radiasi kontinyu dan dengan memberikan respon terhadap radiasi resonansi.

5. Readout

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

2.5 Uji Two Way Annova

Analisis varians (*analysis of variance*) atau ANNOVA adalah metode analisis statistika yang termasuk ke dalam cabang statistika inferensi. Uji dalam annova menggunakan uji F karena dipakai untuk pengujian lebih dari 2 sampel. Annova (*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 Annova.

Annova satu arah (*one way annova*) digunakan apabila yang akan dianalisis terdapat lebih dari satu faktor perlakuan yaitu terdiri dari dua variabel terikat dan variabel bebas. Analisis menggunakan uji Annova 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.

2.6 Sayuran dalam Perspektif Islam

Tumbuhan merupakan salah satu makhluk hidup ciptaan Allah yang memiliki banyak sekali manfaat. Tumbuh-tumbuhan dapat memunculkan beberapa zat untuk dimanfaatkan oleh makhluk hidup lainnya, salah satunya adalah sayuran. Sayuran dalam kehidupan manusia sangat berperan dalam pemenuhan kebutuhan pangan dan peningkatan gizi, karena sayuran merupakan salah satu sumber mineral, serat dan vitamin yang diperlukan untuk kesehatan tubuh manusia.

Di dalam ayat Al-Qur'an Allah memerintahkan manusia supaya memperhatikan keberagaman dan keindahan yang diciptakan-Nya. Allah SWT Berfirman dalam Qur'an Surat Asy-Syu'ara ayat 7 yang berbunyi :

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَيْفَ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾

Artinya : *Dan Apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?* (Asy-Syu'ara: 7).

Al-Qurthubi menafsirkan surat Asy-Syu'ara ayat 7 bahwa Allah memperlihatkan akan keagungan dan kekuasaan Allah, sehingga manusia wajib percaya dan menyembah Allah SWT dengan sepenuh hati. Allah SWT menciptakan alam dan seisinya seperti hewan dan tumbuh-tumbuhan, semuanya tidak ada yang sia-sia dalam ciptaan-Nya. Manusia diberikan kesempatan yang seluas-luasnya untuk mengambil manfaat dari hewan dan tumbuh-tumbuhan.

Mengonsumsi makanan atau minuman yang *halalan thayyiban* sangat erat dengan masalah iman dan takwa. Keterkaitan ini telah Allah SWT tegaskan dalam surat Al-Maidah ayat 88 sebagai berikut :

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

Artinya : Dan makanlah makanan yang halal lagi baik dari apa yang Allah telah rezezikikan kepadamu, dan bertakwalah kepada Allah yang kamu beriman kepada-Nya (Al-Maidah :88).

Al-Qurthubi menafsirkan surat Al-Maidah ayat 88 di atas menerangkan tentang perintah Allah SWT kepada manusia untuk mengonsumsi makanan yang halal dan baik. Al-Qurthubi 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. Allah juga memerintahkan kepada manusia untuk selalu bertaqwa (menyeleamatkan diri) dari azab Allah.

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.

Kata “baik (*thayyib*)” dalam Al-Qur'an disebutkan beberapa kali, dalam hal konteks makanan, kata *thayyib* selalu bergandengan dengan kata *halalan* yang dimaksudkan agar kita selalu menjaga apapun yang kita makan, tidak hanya baik, tapi juga harus halal atau diperbolehkan menurut syariat agama islam, karena semua yang telah disediakan oleh Allah SWT di bumi ini tidak semuanya baik atau halal bagi manusia.

Untuk memenuhi kebutuhan primer hamba-Nya, Allah SWT dengan kasih sayang-Nya menganugerahkan bumi beserta isinya untuk dikelola dan

dimanfaatkan dengan sebaik-baiknya oleh manusia. Akan tetapi, bukan berarti kita dapat memanfaatkan bumi beserta isinya itu dengan mengeksploitasi sebebas-bebasnya. Namun harus sesuai dengan apa yang digariskan syariat. Terkait dalam hal makanan dan minuman, tidak semua yang di bumi ini, baik binatang, tumbuhan maupun benda-benda lainnya itu halal dan baik (*thayyib*) bagi manusia. Ada yang memang dibolehkan (*halal*) dan ada yang dilarang (*haram*). Dan ada yang baik (*thayyib*), ada pula yang tidak baik (*khabits*).

Dalam Al-Qur'an dijelaskan bahwa *halal* dan *thayyib* ini merupakan syarat mutlak yang tidak bisa ditawar oleh manusia dalam mengonsumsi makanan dan minuman. Dalam islam, ketentuan tentang haram dan halal dalam urusan makanan, minuman, sayuran adalah hak Absolut Allah dan Rasul-Nya. Maka bila dua syarat ini tidak terpenuhi dalam suatu makanan, minuman dan sayuran semestinya ia tidak boleh dikonsumsi.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan pada bulan April–Juli 2016 di Laboratorium Riset Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen khusus Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi (SAINTEK) Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilaksanakan adalah *experimental laboratory*, yaitu Penentuan logam Timbal (Pb) dalam kangkung dengan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi. Metode destruksi basah secara terbuka menggunakan *Hotplate* dan tertutup menggunakan *refluks*. Sedangkan zat pengoksidasi yang digunakan dalam proses destruksi yaitu $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); HNO_3 . Rancangan percobaan yang digunakan pada percobaan ini adalah Rancangan Acak Kelompok (RAK) yang terdiri dari dua faktor, yaitu metode destruksi dan komposisi larutan pengoksidasi. Setiap percobaan destruksi dilakukan sebanyak tiga kali ulangan. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel kangkung serta menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada sampel kangkung.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda timbal (Pb) merk varian spektra AA 240, peralatan gelas laboratorium, neraca analitik merk kern, *hot plate*, seperangkat alat *refluks*, lemari asam, mortar dan alu, dan *magnetic stirrer*.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel kangkung darat dan kangkung air yang dijual di Pasar Tradisional Singosari Kota Malang, asam nitrat pekat (HNO_3) 60% p.a, asam perklorat (HClO_4) p.a 70%, serbuk standar timbal $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ Nitrat merk E-Merck, kertas saring Whatman 42, aquades dan aquabides.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi :

1. Pemilihan dan Preparasi Sampel
2. Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
3. Penentuan Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah
4. Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam masing-masing sampel kangkung
5. Analisis data

3.5 Metode Penelitian

3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan adalah kangkung jenis kangkung darat dan kangkung air yang di beli di Pasar Tradisional Singosari Malang. Masing-masing sampel yang diambil yaitu pada bagian daun dan batang, batang yang diambil yaitu dari bagian atas akar hingga pucuk daun karena daun dan batang sayur kangkung adalah bagian yang dikonsumsi masyarakat umumnya. Tahap awal preparasi sampel dilakukan dengan dicuci sampel kangkung, kemudian ditimbang masing-masing kangkung darat sebanyak 1:1 pada daun dan batang kangkung yaitu sebanyak 5 gram pada daun dan 5 gram pada batang, begitupun pada sampel kangkung air. Kemudian semua sampel diletakkan dalam sebuah wadah mortar berukuran sedang dan ditumbuk hingga halus. Setelah halus dan tercampur sempurna, maka sayur kangkung siap untuk digunakan analisis variasi pelarut pada logam timbal (Pb) dalam larutan.

3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

3.5.2.1 Optimasi Alat

Pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Varian Spektra AA 240 meliputi panjang gelombang 217 nm, laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju udara 10,0 L/menit, Lebar Celah menggunakan variasi 0,5 nm, kuat arus HCl 10,0 μ A, tinggi burner 2,0 mm (Khopkar, 1990).

3.5.2.2 Pembuatan Kurva Standar Logam Timbal (Pb)

Larutan stock timbal nitrat $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 mg/L dibuat dari larutan. Larutan 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) 0,0 mg/L; 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 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,4 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL. Kemudian diencerkan sampai tanda batas.

Larutan tersebut diukur pada panjang gelombang 217 nm, dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Varian Spektra AA 240 pada kondisi optimum sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing (Rohman, 2007).

3.5.3 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah

3.5.3.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Langkah kerja destruksi basah secara terbuka yaitu ditimbang di dalam neraca analitik 1 gram sampel kangkung yang telah dihaluskan, kemudian sampel sebanyak 1 gram dimasukkan kedalam gelas beaker ukuran 100 mL. Ditambahkan dengan variasi zat pengoksidasi yaitu $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (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), HNO_3 . Kemudian dipanaskan diatas *hot plate* dengan suhu 100°C hingga volume berkurang setengahnya dari volume awal dan sampai larutan jernih dan diaduk dengan pengaduk gelas sesering mungkin.

3.5.2.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup (*Refluks*)

Langkah kerja destruksi basah secara tertutup (*refluks*) yaitu ditimbang di dalam neraca analitik 1 gram sampel kangkung yang telah dihaluskan. Kemudian sampel sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL yang dilengkapi kondensor air. Ditambahkan variasi zat pengoksidasi yang telah

ditentukan yaitu, $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (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), HNO_3 . Kemudian dipanaskan sekitar 100°C . Kemudian dipanaskan sampai didapatkan larutan jernih.

Adapun metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi yang digunakan sesuai tabel dibawah ini:

Tabel 3.1 Volume Perbandingan Zat Pengoksidasi

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

Data tersebut kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji variasi *Two Way Anova* untuk mengetahui apakah penggunaan variasi larutan asam pendestruksi dalam metode destruksi basah mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi terukur dengan instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

3.5.4 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Masing-masing Sampel Kangkung

Sampel kangkung dari masing-masing sampel A dan sampel B yang berada di gelas beaker yang telah di destruksi dan zat pengoksidasi terbaik di uji kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulangan dari masing-masing jenis kangkung berdasarkan Tabel 3.2 berikut :

Tabel 3.2 Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)

Jenis Sampel	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
	Ulangan 1 (U_1)	Ulangan 2 (U_2)	Ulangan 3 (U_3)
Kangkung Darat (A)	AU ₁	AU ₂	AU ₃
Kangkung Air (B)	BU ₁	BU ₂	BU ₃

Sampel kangkung hasil destruksi selanjutnya didinginkan pada suhu kamar dan disaring dengan kertas saring Whatman 42. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan menggunakan HNO₃ 0,5 M hingga tanda batas. Diukur logam timbal dengan menggunakan pada panjang gelombang 217 nm, laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju udara 10,0 L/menit, lebar celah menggunakan variasi 0,5 nm, kuat arus HCl 10,0 μ A, tinggi burner 2,0 mm dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Varian Spektra AA 240 pada kondisi optimum sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing.

3.5.5 Analisis Data

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

Two way annova atau analisis variasi dua arah akan menunjukkan bahwa terdapat lebih dari satu faktor perlakuan. Variabel terikat pada penelitian ini adalah metode destruksi terbuka dan tertutup dan variasi zat pengoksidasi yaitu $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); HNO_3 . Variabel bebas pada penelitian ini adalah kadar logam timbal (Pb) pada kangkung. Hipotesis awal (H_0) dan Hipotesis alternative (H_1) dimana H_0 ditolak apabila $F_{\text{Hitung}} > F_{\text{Tabel}}$. F_{Tabel} didapatkan dari tabel F signifikan 0,05. Sedangkan F_{Hitung} menggunakan *software*.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang berjudul penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam kangkung menggunakan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini dilakukan dengan beberapa tahapan. Tahapan penelitian ini antara lain adalah preparasi sampel, preparasi sampel menggunakan variasi metode destruksi basah, penentuan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik pada sampel kangkung, pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA), penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam masing-masing sampel kangkung.

4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Teknik sampling merupakan salah satu parameter yang penting dalam melakukan sebuah penelitian karena sampel dalam analisis harus mewakili (representatif), secara utuh dan harus homogen. Cara pengambilan sampel yang salah meskipun metode analisis yang digunakan tepat dan teliti maka dapat memberikan hasil yang kurang benar.

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah kangkung. Sampel kangkung yang digunakan berjumlah 2 jenis yaitu kangkung darat (*Ipomea reptans* Poir) dan kangkung air (*Ipomea auatica* Forsk.). Sampel tersebut didapatkan dari Pasar Tradisional Singosari Malang dengan pembelian kangkung yang masih segar.

Tahap awal preparasi sampel dilakukan dengan dicuci sampel kangkung, kemudian ditimbang masing-masing kangkung darat sebanyak 1:1 pada daun dan batang kangkung yaitu sebanyak 5 gram pada daun dan 5 gram pada batang, begitupun pada sampel kangkung air. Kemudian semua sampel diletakkan dalam sebuah wadah mortar untuk dicampur dan ditumbuk hingga halus. Tujuan pencampuran pada preparasi sampel untuk meminimalkan kesalahan dalam melakukan generalisasi dari sampel ke populasi dan mengetahui kadar timbal (Pb) secara umum dari kangkung pada bagian daun dan batang yang beredar di pasaran, sedangkan proses penumbukan bertujuan untuk memperbesar luas permukaan sampel sehingga dapat mempercepat proses destruksi logam timbal (Pb). Setelah halus dan tercampur sempurna, maka sampel yang homogen siap digunakan untuk penentuan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik dalam analisis kadar timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).



Gambar 4.1 Hasil Preparasi Sampel yang siap di Analisis

4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

4.2.1 Optimasi Alat

Optimasi alat dilakukan bertujuan untuk mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan analisis terbaik dan sensitif. Dengan dilakukannya

pengaturan alat maka akan diperoleh populasi atom pada tingkat dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Optimasi SSA dilakukan dengan bervariasi 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 udara, laju alir asetilen, kuat arus dan tinggi burner.

Tabel 4.1 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Untuk Analisis Logam Timbal (Pb)

Parameter	Satuan	Kondisi Optimum
Panjang gelombang	Nm	217
Laju alir asetilen	L/menit	2,0
Laju alir udara	L/menit	10,0
Lebar celah	nm	0,5
Kuat arus HCl	μ A	10,0
Tinggi burner	mm	2,0

Metode analisis kadar timbal pada kangkung menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu. Pemilihan panjang gelombang pada analisis logam timbal (Pb) adalah pada panjang gelombang 217 nm dengan tipe nyala Udara Asetilen (UA) karena pada panjang gelombang ini yang kuat dan bagus untuk menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi.

Larutan sampel hasil destruksi mengandung logam timbal (Pb) dalam bentuk kationik. 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

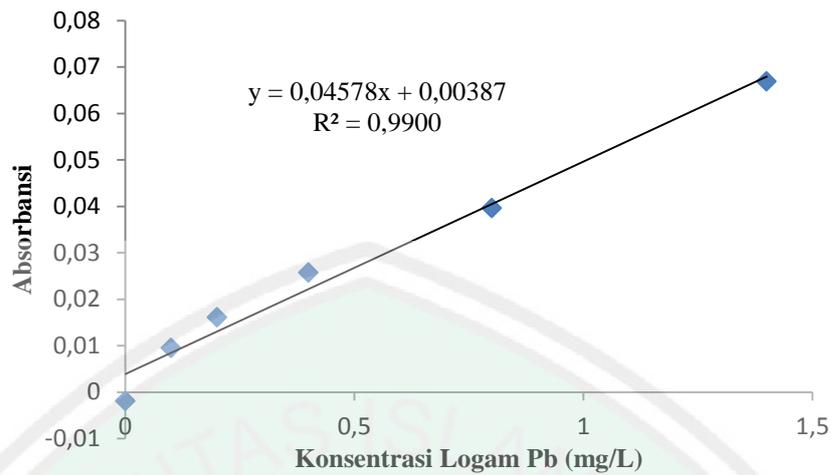
energi terendah (*ground state*). Atom-atom yang berada pada tingkat energi terendah ini kemudian menyerap cahaya yang dipancarkan oleh sumber sinar.

4.2.2 Pembuatan Kurva Standar Logam Timbal (Pb)

Kurva standar merupakan bagian terpenting dalam melakukan pengujian kadar suatu unsur dalam analisis kimia. Pembuatan kurva standar, kurva yang diinginkan merupakan kurva yang berbentuk linier, sehingga jika kurva standar yang diperoleh kurang linier maka pembuatan kurva standar harus diulangi untuk memperoleh hasil uji yang akurat.

Larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dibuat dari larutan standar 1000 mg/L, dimana larutan standar ini dibuat dengan cara memindahkan 1mL larutan standar 1000 mg/L kedalam labu ukur 100 mL kemudian diencerkan menjadi deretan larutan standar timbal (Pb) 0,0 mg/L; 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 mL; 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

Data yang diperoleh dari larutan standar timbal kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi larutan standar logam timbal (x) dengan absorbansinya (y). Dari perhitungan regresi linier yaitu $y=bx+a$, maka penarikan garis lurus dapat dilihat atau diambil. Hubungan linier antara X dan Y dapat diketahui melalui harga koefisien kolerasi (r^2). Pada umumnya $r^2= 0,999$ berarti kurva linier memiliki *slope* positif. Kurva kalibrasi logam timbal ditunjukkan pada gambar 4.1 :



Gambar 4.2 Grafik Kurva Standar Timbal (Pb)

Model persamaan regresi linier yang terbentuk adalah $y = 0,04578x + 0,00387$. Sesuai dengan persamaan linier yaitu $y = ax + b$. Dimana y adalah absorbansi, a adalah *slope* dan b adalah *intersept*. Nilai R^2 yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan, dengan ketentuan $R^2 > 0,9900$ yang menunjukkan bahwa alat instrumen 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).

Kurva kalibrasi menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorpsi (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 nya juga tinggi dan begitupun sebaliknya.

4.3 Penentuan Kadar logam timbal (Pb) Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah

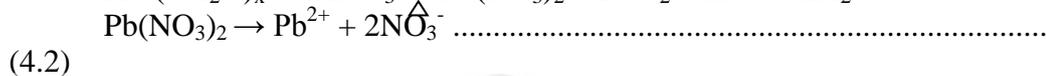
4.3.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Metode destruksi basah terbuka ini menggunakan *Hotplate*. Adapun langkah-langkahnya yaitu sampel kangkung yang telah dihaluskan dengan menggunakan wadah mortar kemudian ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan dalam beaker glass 100 mL. Langkah selanjutnya ditambahkan dengan variasi zat pengoksidasi yang telah ditentukan yaitu $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (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), HNO_3 . Selanjutnya sampel didestruksi di atas *hotplate* sampai larutan berkurang setengahnya dan dihasilkan larutan yang bewarna jernih atau hingga larut. Warna jernih yang dihasilkan pada proses destruksi terbuka berarti dimungkinkan senyawa organik yang terkandung dalam sampel kangkung telah larut (Kristianingrum, 2012).

Pada penelitian ini zat pengoksidasi utama adalah HNO_3 pekat, hal ini dikarenakan sifat timbal dapat larut sempurna dalam HNO_3 p.a. Titik didih HNO_3 sebesar 121°C sehingga dilakukan pemanasan pada suhu 100°C nantinya dapat mencegah larutan asam nitrat tidak cepat habis sebelum proses destruksi selesai. Selama pemanasan, sampel diaduk dengan pengaduk gelas sesering mungkin agar hasil destruksi maksimal.

Variasi zat pengoksidasi utama adalah HNO_3 pekat. Asam nitrat merupakan asam yang paling sering digunakan dalam proses destruksi. Dalam keadaan panas, asam nitrat akan mengoksidasi logam Pb, sehingga logam Pb dapat larut sempurna dalam asam nitrat. Proses oksidasi ditandai dengan adanya gas warna kecoklatan dari larutan sampel. Pemanasan selama proses destruksi

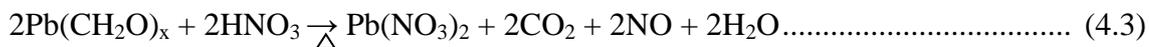
mampu membantu proses pemutusan logam Pb. Adapun reaksi-reaksi yang terjadi selama proses destruksi adalah :



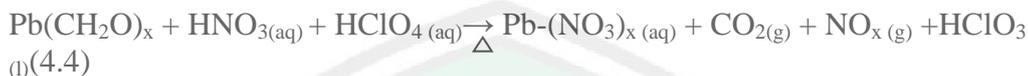
Senyawa organik dalam sampel kangkung pada reaksi diatas dimisalkan sebagai $(\text{CH}_2\text{O})_x$, yang selanjutnya didekomposisi oleh HNO_3 menghasilkan CO_2 dan NO yang berwarna hitam kecoklatan. Dengan adanya gas tersebut tekanan selama proses destruksi meningkat. Akibatnya, ikatan antara logam dengan senyawa organik mengalami pemutusan dan menghasilkan logam Pb dalam bentuk $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 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 kangkung dapat terdeteksi dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Variasi zat pengoksidasi kedua hingga kelima adalah campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ dengan perbedaan variasi. dimana fungsi HNO_3 sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO_3 , sedangkan HClO_4 juga sebagai pengoksidasi lain sehingga dapat mempercepat dan memaksimalkan pemutusan logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel. Asam perklorat pekat merupakan agen pengoksidasi dan pelarut yang baik, dapat menyerang banyak logam karena asam perklorat adalah oksidator yang kuat (Patnaik, 2004).

Reaksi yang terjadi antara asam nitrat dengan senyawa organik (Wulandari dan Sukei, 2013):



Reaksi yang terjadi antara asam perklorat dengan senyawa organik :



Setelah larutan berubah menjadi jernih maka proses destruksi selesai, kemudian larutan diambil dan didinginkan pada suhu ruang. Selanjutnya larutan disaring dengan kertas saring Whatman 42 untuk memisahkan residu atau pengotor yang masih dalam larutan. Setelah proses penyaringan selesai, larutan sampel diencerkan menggunakan HNO_3 0,5 M. Pengenceran dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan HNO_3 0,5M. Pengenceran dilakukan pada konsentrasi ini sebab larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar sehingga didapatkan kondisi yang ideal untuk analisis menggunakan SSA. Adapun hasil konsentrasi kadar logam timbal (Pb) dalam sampel kangkung menggunakan metode destruksi terbuka.

Tabel 4.2 Konsentrasi Rata-rata Logam Pb Dalam Sampel Kangkung Menggunakan Metode Destruksi Basah Terbuka

No	Variasi Zat Pengoksidasi	Konsentrasi Rata-rata logam Pb dalam sampel kangkung (mg/Kg)
1.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1)	4,900 mg/Kg
2.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1)	4,628 mg/Kg
3.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1)	4,857 mg/Kg
4.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1)	4,788 mg/Kg
5.	HNO_3	1,907 mg/Kg

Hasil Tabel 4.2 didapatkan ketidakteraturan hasil pada metode destruksi terbuka disebabkan adanya kehilangan analit dan tekanan yang dihasilkan kurang

maksimal. Nilai konsentrasi rata-rata logam Pb yang paling tinggi terdapat pada zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) dan nilai konsentrasi rata-rata logam Pb yang paling rendah terdapat pada zat pengoksidasi tunggal HNO_3 . Penggunaan 2 variasi pelarut hasil analisis lebih efektif jika dibandingkan dengan 1 jenis asam pengoksidasi yaitu HNO_3 pa saja karena dimungkinkan larutan tersebut berkurang sehingga hasil kadarnya juga berkurang, maka penggunaan 2 variasi pelarut lebih efektif. Sehingga variasi zat pengoksidasi yang terbaik adalah $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1).

4.3.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup

Metode destruksi basah tertutup ini menggunakan *refluks*. Proses destruksi *refluks* menggunakan prinsip hampir sama dengan destruksi basah terbuka dalam perombakan senyawa organik akan tetapi sistem komponen dalam destruksi *refluks* menggunakan sistem tertutup. Proses pemanasan nya sama dengan destruksi basah terbuka yaitu diatas *hotplate* dengan suhu 100°C .

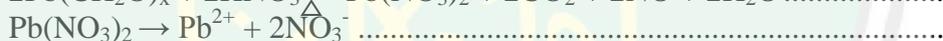
Proses destruksi tertutup diawali dengan sampel kangkung yang telah dihaluskan dengan menggunakan wadah mortar kemudian ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke labu alas bulat 250 mL. Selanjutnya ditambahkan dengan variasi zat pngoksidasi yang telah ditentukan yaitu $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (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), HNO_3 . Selanjutnya sampel didestruksi di atas *hotplate* dilengkapi dengan kondensor air. Proses mulainya destruksi ditandai dengan perubahan larutan dari coklat menjadi kuning jernih dan munculnya gas kecoklatan disekitar labu alas bulat yang keluar mengindikasikan adanya proses oksidasi sampel yang disebabkan oleh pemanasan. Sistem dalam labu alas bulat mengalami reaksi eksotermis

menyebabkan terjadinya perpindahan kalor dari sistem ke lingkungan. Kalor yang terlepas akan diterima dan didinginkan oleh kondesor yang diberi es batu. Sistem dalam kondensor tersebut mengalami reaksi endotermis, dimana terjadi perpindahan kalor dari lingkungan ke sistem.

Proses destruksi dihentikan apabila diperoleh larutan yang jernih, mengindikasikan bahwa ikatan logam pada sampel telah terputus, sehingga diperoleh analit berupa Pb ionik. Senyawa organik dalam sampel kangkung akan mengalami pemutusan ikatan apabila sudah ditambah dengan zat pengoksidasi. Pada penelitian ini sama dengan metode destruksi basah terbuka yaitu zat pengoksidasi utama adalah HNO₃ pekat, hal ini dikarenakan sifat asamnya yang kuat timbal (Pb) dapat larut sempurna dalam HNO₃ p.a. Pb teroksidasi oleh HNO₃ p.a sehingga menjadi larut, adapun reaksi yang terjadi adalah :



(4.6)



(4.7)

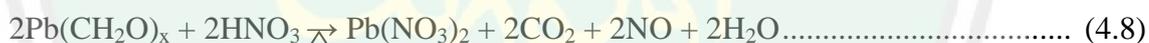


Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, logam timbal (Pb) yang diteliti akan terlepas dari ikatannya dengan senyawa organik dalam sampel, kemudian diubah ke dalam bentuk garamnya menjadi Pb(NO₃)₂ yang mudah larut dalam air. Penguraian bahan organik oleh asam nitrat akan menghasilkkan gas CO₂ yang ditandai dengan terbentuknya gas selama proses pemanasan. Selain itu, hasil perombakan bahan organik juga menghasilkan gas NO. Gas NO yang dihasilkan pada proses destruksi dapat menghasilkan gas NO₂ yang bewarna kecoklatan, yang merupakan hasil reaksi dari oksigen. Terbentuknya gas NO₂ yang bewarna kecoklatan dimungkinkan terjadinya pemutusan ikatan Pb dengan bahan organik. Selanjutnya logam timbal (Pb) yang telah membentuk Pb(NO₃)₂

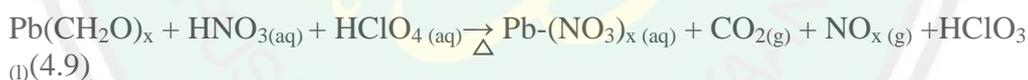
selanjutnya terurai menjadi Pb^{2+} dan $2NO_3^-$, dalam keadaan Pb^{2+} inilah logam timbal (Pb) dalam sampel kantung dapat terdeteksi dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Tujuan penambahan asam oksidator lainnya pada variasi kedua yaitu 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 lain sehingga dapat mempercepat dan memaksimalkan pemutusan logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel. Asam perklorat pekat merupakan agen pengoksidasi dan pelarut yang baik, dapat menyerang banyak logam karena asam perklorat adalah oksidator yang kuat (Patnaik, 2004).

Reaksi yang terjadi antara asam nitrat dengan senyawa organik (Wulandari dan Sukei, 2013):



Reaksi yang terjadi antara asam perklorat dengan senyawa organik :



Setelah larutan berubah menjadi jernih maka proses destruksi selesai, kemudian larutan diambil dan didinginkan pada suhu ruang. Selanjutnya larutan disaring dengan kertas saring Whatman 42 untuk memisahkan residu atau pengotor dari larutan. Setelah proses penyaringan selesai, larutan sampel diencerkan menggunakan HNO_3 0,5 M. Pengenceran dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian ditambahkan HNO_3 0,5. Pengenceran dilakukan pada konsentrasi ini sebab larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar sehingga didapatkan kondisi yang ideal untuk analisis menggunakan SSA. Adapun hasil konsentrasi

kadar logam timbal (Pb) dalam sampel kangkung menggunakan metode destruksi tertutup (*Refluks*):

Tabel 4.3 Konsentrasi Rata-rata Logam Pb Dalam Sampel Kangkung Menggunakan Metode Destruksi Basah Tertutup (*Refluks*)

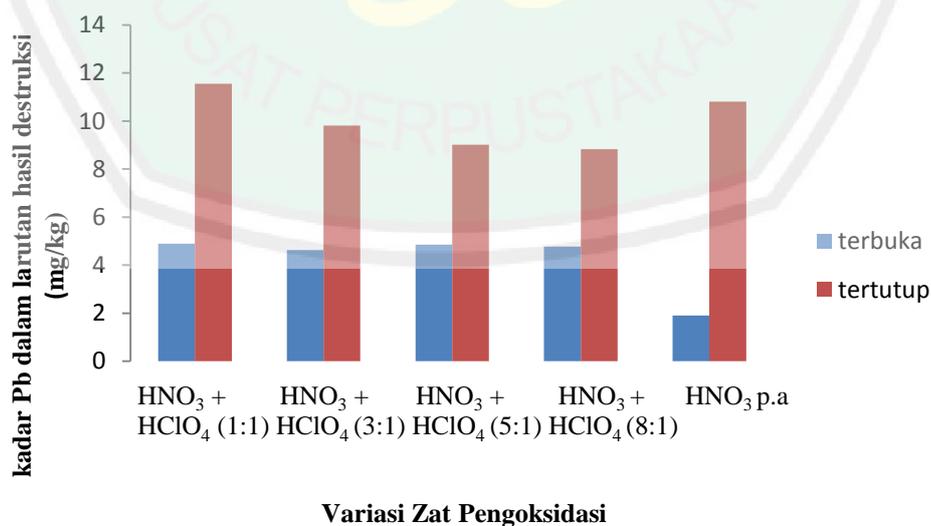
No	Variasi Zat Pengoksidasi	Konsentrasi Rata-rata logam Pb dalam sampel kangkung (mg/Kg)
1.	HNO ₃ + HClO ₄ (1:1)	11,548 mg/Kg
2.	HNO ₃ + HClO ₄ (3:1)	9,812 mg/Kg
3.	HNO ₃ + HClO ₄ (5:1)	9,018 mg/Kg
4.	HNO ₃ + HClO ₄ (8:1)	8,833 mg/Kg
5.	HNO ₃	10,811 mg/Kg

Hasil Tabel 4.3 nilai konsentrasi rata-rata logam Pb yang paling tinggi terdapat pada zat pengoksidasi campuran HNO₃ + HClO₄ (1:1) sama halnya dengan hasil konsentrasi pada destruksi basah terbuka. Penggunaan 2 variasi pelarut hasil analisis lebih efektif, karena sifat asam nitrat dan asam perklorat yang sama-sama oksidator kuat dan semakin banyak volume HClO₄ maka semakin baik hasil konsentrasi kadar timbal. Berbeda dengan hasil konsentrasi pada destruksi basah terbuka nilai kadar logam Pb menggunakan zat pengoksidasi HNO₃ saja menghasilkan nilai yang paling rendah, sedangkan pada destruksi basah tertutup nilai kadar logam Pb menggunakan zat pengoksidasi HNO₃ saja menghasilkan nilai yang cukup besar yaitu urutan kedua dari nilai yang paling tinggi dikarenakan pada destruksi tertutup terjadi proses penguapan kemudian pengembunan kembali oleh kondensor sehingga zat pengoksidasi HNO₃ tetap efisien dan tidak menguap atau hilang.

4. 4 Penentuan Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi pada Timbal (Pb) dalam Sampel Kangkung

Keberhasilan penelitian dalam penentuan kadar logam menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) tergantung pada pemilihan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang tepat. Analisis sampel menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada umumnya dalam bentuk larutan, sehingga senyawa-senyawa organik dalam sampel mudah untuk didestruksi. 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 Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Penelitian ini telah membuktikan adanya pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan perbedaan hasil analisis yang signifikan.

Diagram batang berikut merupakan perolehan konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada sampel kangkung dengan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (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), HNO_3 .



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

Gambar 4.3 menunjukkan hubungan antara variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan konsentrasi kadar logam timbal (Pb). Dari diagram batang tersebut dapat dilihat bahwa pada destruksi basah terbuka dengan penggunaan variasi satu pelarut (HNO_3 p.a.) memiliki konsentrasi yang paling rendah dan penggunaan variasi campuran zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) memiliki konsentrasi yang paling tinggi. Sedangkan pada destruksi basah tertutup penggunaan variasi pelarut campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1) memiliki konsentrasi yang paling rendah dan penggunaan variasi campuran zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) memiliki konsentrasi yang paling tinggi pada destruksi basah terbuka dan tertutup.

Hasil analisis konsentrasi rata-rata logam timbal dalam kangkung menggunakan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi diasumsikan bahwa destruksi basah tertutup dengan variasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ pada perbandingan 1:1 mempunyai konsentrasi yang paling tinggi dibandingkan dengan hasil konsentrasi zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) pada destruksi terbuka, sehingga pada hasil tersebut dapat dikatakan adalah hasil yang terbaik. Jenis zat pengoksidasi mempunyai pengaruh terhadap perolehan kadar logam timbal, Penggunaan 2 variasi pelarut hasil analisis nya lebih efektif jika dibandingkan dengan 1 jenis asam pengoksidasi, maka penggunaan 2 variasi pelarut lebih efektif. Berdasarkan pada nilai pKa, maka kekuatan asam perklorat lebih besar dibandingkan asam nitrat dimana nilai pKa asam nitrat -1,3 sedangkan pKa asam perklorat -7. Sehingga variasi zat pengoksidasi yang terbaik adalah

$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1), karena sifat asam nitrat dan asam perklorat yang sama-sama oksidator kuat.

Hasil analisis logam timbal (Pb) menggunakan metode destruksi basah terbuka dan tertutup mempunyai konsentrasi kadar logam timbal yang tinggi pada destruksi basah tertutup (*refluks*), karena pada destruksi basah tertutup terjadi proses penguapan pada suhu tinggi, kemudian terjadi proses pengembunan lagi oleh kondensor dan tekanan panasnya lebih maksimal dibandingkan destruksi basah terbuka sehingga dapat mengurangi gangguan hilangnya analit dan membuat konsentrasi unsur yang terdapat dalam sampel dalam batas yang diperlukan.

Program SPSS 20 *descriptive* memberikan hasil data-data statistik deskriptif seperti *mean*, *standar deviasi*, *angka terendah*, *angka tertinggi*, *serta standar error*. Uji *Two Way Anova* pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui signifikansi pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi pada penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam kangkung. Dilakukan uji *Two Way Anova* sebagai penentuan analisis terhadap hipotesis yang akan diterima atau ditolak. Dalam hal ini hipotesis yang akan diuji adalah :

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 $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}}$, maka H_0 ditolak.

2. Jika $F_{hitung} < F_{tabel}$ maka H_0 diterima.

Tabel 4.4 Hasil Uji *Two Way Anova* Pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi terhadap Kadar Logam Pb dalam Kangkung

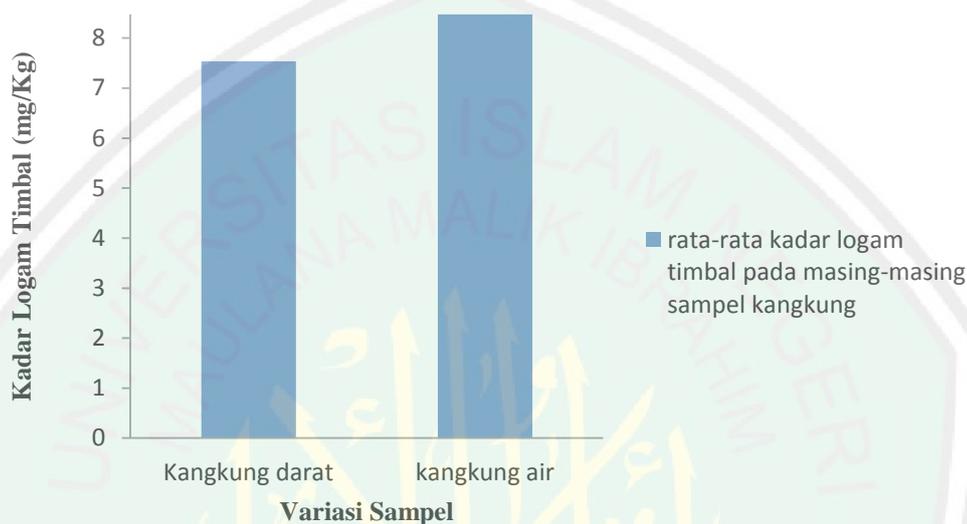
Sumber Variasi	SS	Df	MS	F_{hitung}	F_{tabel}
Corrected Model	252,181	5	50,436	31,959	1,69913
Intersep	1516,606	1	960,989		
Error	37,876	24	1,578		
Ulangan	832	2	416		
perlakuan	251,309	1	251,309		
Total	18066,663	30			

Hasil Tabel 4.4 dengan menggunakan tingkat kesalahan sebesar 0,05, maka diperoleh nilai $F_{hitung} = 31,959$, sedangkan $F_{tabel} = 1,69913$. Nilai F_{hitung} ($31,959$) $>$ F_{tabel} ($1,69913$), 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 kangkung.

4.5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Masing-masing Sampel Kangkung

Sampel kangkung yang di preparasi dengan menggunakan destruksi basah tertutup yang paling baik dengan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1). Sampel yang digunakan adalah kangkung dengan jenis kangkung darat (*Ipomea reptans* Poir) dan kangkung air (*Ipomea aquatica* Forsk.). Konsentrasi logam timbal (Pb) dari masing-masing sampel diuji dengan tiga kali pengulangan prosedur agar diperoleh akurasi dan kevalidan data dari setiap perlakuan dengan menggunakan destruksi basah tertutup (*refluks*) dengan variasi zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1).

Diagram batang berikut merupakan perolehan konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada masing-masing sampel kangkung darat dan kangkung air dengan metode destruksi tertutup (*refluks*) dan zat pengoksidasi HNO_3 , $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) :



Gambar 4.4 Diagram Batang Konsentrasi Pb dalam Larutan Hasil Destruksi Sampel kangkung yaitu kangkung darat dan kangkung air

Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada kangkung darat sebesar 7,539 mg/Kg , dan konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada kangkung air sebesar 8,478 mg/Kg.

Dari dua sampel yang dianalisis yaitu kangkung darat dan kangkung air semuanya mengandung kadar timbal (Pb) yang melebihi batas maksimum cemaran sayuran yang ditetapkan SNI No. 7387 : 2009 dimana batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) adalah 0,5 mg/Kg sehingga tidak baik untuk dikonsumsi dalam jumlah yang berlebih.

Terdeteksinya logam timbal (Pb) di dalam kangkung dikatakan

kontaminasi karena timbal (Pb) merupakan logam yang berbahaya bagi tubuh. Logam ini terdapat di kangkung karena disebabkan oleh kandungan logam Pb yang banyak terdapat dalam udara bebas terutama berasal dari kendaraan bermotor, tanah sebagai media tanam yang terkontaminasi oleh polusi dari kendaraan bermotor. Dari hasil yang didapatkan konsentrasi rata-rata sampel kangkung air lebih besar dibandingkan kangkung darat, hal ini dimungkinkan kangkung air mempunyai media air dalam penanaman yang tercemari oleh polusi udara yang berasal dari kendaraan bermotor. Karena kangkung air membutuhkan tanah yang selalu tergenang air. Air tersebut berasal dari air sungai, Air sungai yang tercemar dengan logam timbal yang berasal dari polusi kendaraan bermotor akan masuk kedalam tanaman kangkung air.

Menurut WHO (1987) untuk mengantisipasi akumulasi timbal (Pb) dalam tubuh, ditetapkan *Acceptable Daily Intake* (ADI) yaitu 50 µg/Kg BB untuk orang dewasa. Hasil analisis logam timbal (Pb) dalam kangkung darat sebesar 7,539 mg/Kg, sehingga orang dewasa yang mempunyai berat badan 60 Kg maksimal diperbolehkan mengkonsumsi kangkung darat sebesar 0,4 Kg atau 400 gram perhari. Sedangkan hasil analisis logam timbal (Pb) dalam kangkung air sebesar 8,478 mg/Kg, sehingga orang dewasa yang mempunyai berat badan 60 Kg maksimal diperbolehkan mengkonsumsi kangkung air sebesar 0,35 Kg atau 350 gram perhari.

4.6 Kajian Hasil Penelitian Menurut Perspektif Islam

Berdasarkan penelitian, didapatkan bahwa hasil konsentrasi logam timbal (Pb) rata-rata pada sampel kangkung dengan jenis kangkung darat sebesar 7,539

mg/Kg, dan konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) pada kangkung air sebesar 8,478 mg/Kg. Kangkung mengandung unsur logam timbal (Pb) dan kadar yang didapatkan setelah dianalisis berada di atas ambang batas maksimum yang telah ditetapkan oleh SNI No. 7387 : 2009 dimana batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) adalah 0,5 mg/Kg sehingga tidak baik untuk dikonsumsi dalam jumlah yang berlebih.

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.

Berdasarkan kriteria makanan yang baik tersebut, sampel kangkung yang dianalisis dalam penelitian ini merupakan kriteria makanan yang tidak baik untuk dikonsumsi, karena tidak memenuhi standart proporsional yang telah ditetapkan oleh SNI. Setyawan (2004) menyatakan bahwa logam timbal (Pb) memang tidak

dibutuhkan oleh tubuh manusia sehingga bila makanan seperti kangkung tercemar oleh logam tersebut, tubuh akan mengeluarkannya sebagian dan sisanya akan terakumulasi dalam tubuh yang dapat menyebabkan gangguan dan kerusakan pada syaraf, batu ginjal, dan otak. Logam timbal (Pb) sangat berbahaya apabila terakumulasi dalam tubuh bayi dan anak-anak, karena dapat menyebabkan gangguan mental dan penurunan kecerdasan.

Islam telah sungguh-sungguh untuk memelihara jiwa dan akal. Pemeliharaan jiwa dan akal itu dilakukan dengan memberikan minuman maupun makanan sehat sejak masa kehamilan, kelahiran kemudian sepanjang tahapan-tahapan kehidupan berikutnya. Syari'at Islam menganjurkan untuk mengkonsumsi makanan yang beraneka ragam dan seimbang yang memang dibutuhkan tubuh sehingga seorang muslim bisa tumbuh sehat dan normal.

Dalam tubuh manusia makanan atau minuman mengalami proses pengolahan yang meliputi pencernaan, penyerapan dan metabolisme. Zat makanan atau minuman dibutuhkan sebagai sumber energi, sedangkan yang tidak tercerna oleh enzim pendegradasi pangan akan menjadi serat pangan yang menyehatkan saluran pencernaan. Makanan atau minuman merupakan sumber energi yang mengalir pada darah manusia, jadi jika yang dimakan adalah makanan atau minuman yang halal dan memiliki nilai gizi tinggi maka diharapkan akan mendorong seseorang untuk lebih sehat dan lebih mudah menjalankan aktivitas (Suprayatmi, 2011).

Islam mengajarkan bahwa diperbolehkan mengkonsumsi makanan atau minuman yang jelas halal lagi baik (*thayyib*). Halal dan baik (*thayyib*) disini salah

satunya adalah tidak mengandung zat-zat kimia yang berbahaya bagi kesehatan.

Allah SWT berfirman dalam QS. Al Mu'minun ayat 51 :

يَا أَيُّهَا الرُّسُلُ كُلُوا مِنَ الطَّيِّبَاتِ وَاعْمَلُوا صَالِحًا إِنِّي بِمَا تَعْمَلُونَ عَلِيمٌ ﴿٥١﴾

Artinya : “Hai rasul-rasul, makanlah dari makanan yang *thayyib* (yang baik), dan kerjakanlah amal yang saleh. Sesungguhnya Aku Maha Mengetahui apa yang kamu kerjakan”. (QS. Al Mu'minun ayat 51)

Ibnu Katsir menafsirkan surat Al mu'minun tersebut, bahwa Allah SWT memerintahkan para Rasulullah SAW untuk memakan makanan yang baik (*thayyib*) dan halal dan beramal saleh. Dua perintah ini adalah syarat bahwa makanan halal dan baik adalah pembangkit amal saleh. Oleh karena itu, para Nabi benar-benar memperhatikan bagaimana memperoleh yang halal dan baik dan menggabungkan setiap kebaikan baik berupa ucapan, perbuatan, maupun nasihat dengan sebaik-baiknya. Surat Al Mu'minun ayat 51 membuktikan bahwa agama islam sangat memperhatikan makanan dan minuman yang kita konsumsi. Halal disini berarti semuanya harus tersusun dengan baik dan tidak melanggar syariat agama islam, baik mulai dari pemilihan atau pengambilan tanaman, proses penanaman hingga proses penjualan. Sedangkan yang dimaksud dengan makanan yang baik adalah makanan yang berguna dan tidak membahayakan bagi tubuh manusia dilihat dari sudut kesehatan.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Kangkung Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Variasi Metode destruksi dan Zat Pengoksidasi terbaik adalah detruksi basah tertutup (*Refluks*) dengan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) dengan nilai konsentrasi yang paling tinggi yaitu 11,548 mg/Kg daripada penggunaan metode destruksi terbuka dan variasi pengoksidasi lainnya.
2. Konsentrasi kadar logam Timbal (Pb) yang telah di analisis pada sampel kangkung darat dan kangkung air rata-rata adalah 7,539 mg/Kg dan 8,478 mg/Kg. Berdasarkan acuan SNI No. 7387: 2009 kedua sampel kangkung tersebut melebihi batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) yaitu 0,5 mg/Kg sehingga tidak baik untuk dikonsumsi dalam jumlah yang berlebih.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan preparasi sampel pada sampel kangkung dengan cara dikeringkan/oven.
2. Perlu dilakukan penelitian penentuan kadar logam timbal (Pb) pada sampel kangkung dengan variasi zat pengoksidasi lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

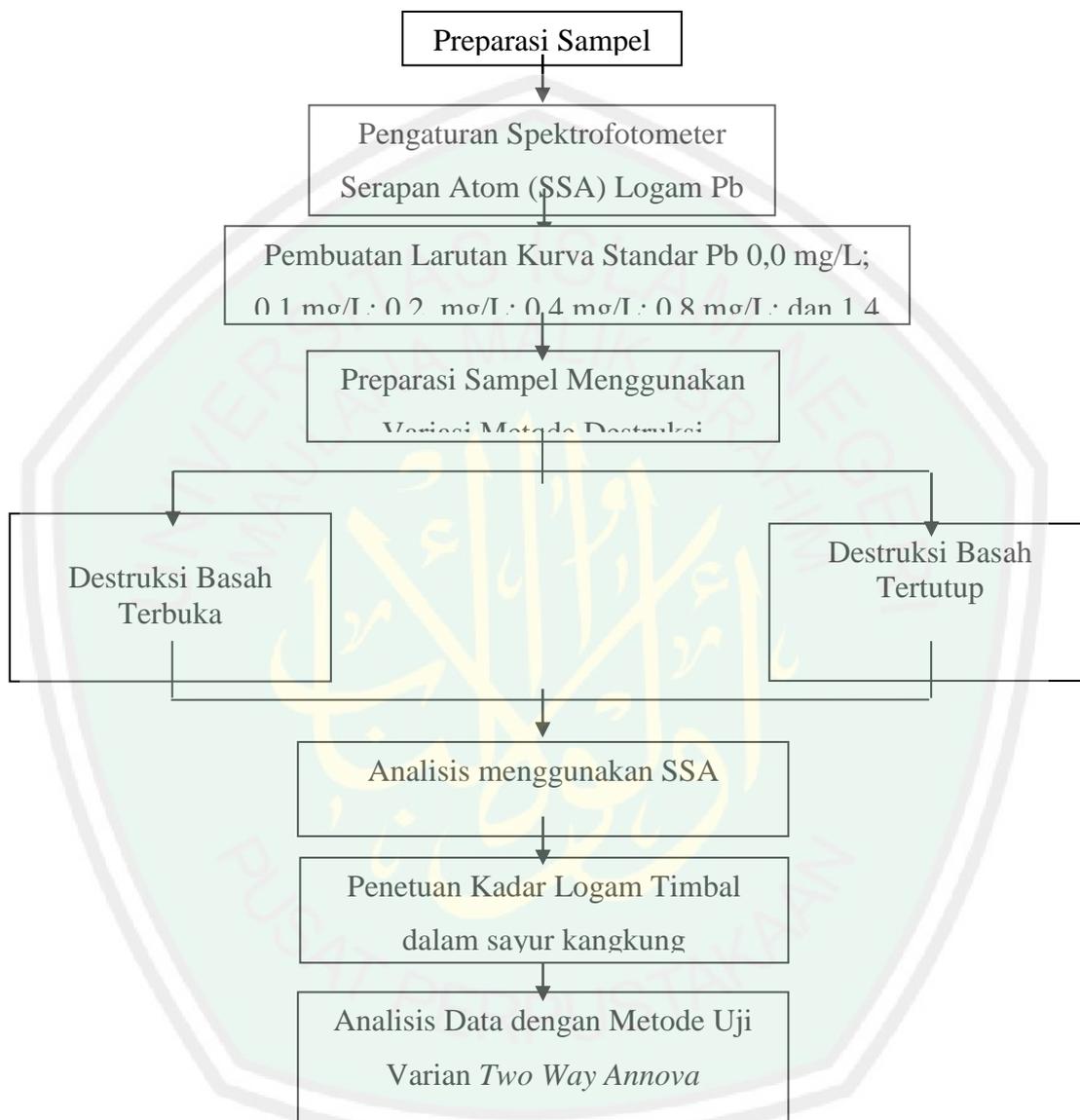
- Alloway, B.J. 1990. *Heavy Metal in Soils John Willey and Sons inc.* New York.
- Al Qurthubi, Syaikh Imam. 2008. *Al Jami' Li Ahkaam Al Qur'an.* Jakarta: Pustaka Azzam.
- Anderson, K. 1999. *Analytical Techniues for Inorganic Cintaminans.* Gaitherburg : AOAC International.
- Anshori, J. 2005. *Materi Ajar Spektrometri Serapan Atom.* Bandung: Unpad Press
- Apriyantono. 1989. *Analisis Pangan.* Bandung: Departemen Pendidikan Dan Kebudayaan Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Pusat Antar Universitas, IPB.
- Austin DF. 2007. Water spinach (*Ipomoea aquatica, Convolvulacea*) a food gone wild. *Ethnobotany Research and Applications.* 5:123-146.
- Badan Standardisasi Nasional. (2009). SNI 7387 : 2009. *Batas Maksimum cemaran logam berat dalam pangan.* Jakarta : Badan Standardisasi Nasional.
- Baysa, M.C., Anuncio, R.R.S., Chiombon, M.L.G., Cruz, J.P.R.D., and Ramelb, J.R.O. 2006. Lead and Cadmium Contents in *Ipomoea aquatica* Forsk. Grown in Laguna de Bay. *Philippine Journal of Science.* 135: 139-143.
- Cahyadi, W. 2004. *Bahaya Pencemaran Timbal Pada Makanan dan Minuman.* Bandung: Fakultas Teknik UNPAS, Departemen Farmasi Pascasarjana ITB.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup.* Jakarta: UI Press.
- Departemen Kesehatan. 2001. *Kerangka Acuan Uji Petik Kadar Timbal (Pb) pada Spesimen Darah Kelompok Masyarakat Berisiko Tinggi Pencemaran Timbal.* Jakarta : Ditjen PPM dan PLP Departemen Kesehatan RI Jakarta.
- Dibiyantoro, AI.H. 1996. *Rumpai-rumpai tentang Kangkung.* Bandung : Balai Penelitian Tanaman Sayuran. Puslitbang Holtikultura. Balitbang Pertanian.
- Direktorat Gizi Depkes R.I. 1981. *Daftar Komposisi Bahan Makanan.* Jakarta : Bhratara Karya Aksara.
- Djuariah D. 2007. Teknologi Usaha tani untuk Meningkatkan Produksi dan Mutu Kangkung (*Ipomoea aquatica* Forsk-Convolvulaceae). BALITSA.
- Erdayanti,Pinta,dkk.2015.Analisis Kandungan Logam Timbal Pada Sayur Kangkung dan Bayam Di Jalan Kartama Pekanbaru Secara Spektrofotometri Serpan Atom.*JOM FMIPA.* Volume 2.No 1
- 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
- Gunawan A. 2002. *Kombinasi Makanan Serasi.* Jakarta: Gramedia.
- Homan dan Brogan, G.X. 1993. *Lead Toxicity: Handbook of Medical Toxicology 1st edition.* Boston : Little dan Brown.
- Katsir,Ibnu. 2004. *Tafsir Ibnu Katsir Jilid 5.* Bogor: Pustaka Imam syafi'i
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik.* Jakarta: UI Press.
- Kristianingrum, Susila. 2012. *Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel Dan Efeknya.* Yogyakarta : Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY.

- Lovure, Nichita. 2013. *Jurus Sempurna dari Bertanam Kangkung*. Jakarta : PT. Maha Daya.
- Maleki, A, *et al.* 2014. Concentration levels of heavy metals in irrigation water and vegetables grown in peri-urban areas of Sanandaj, Iran. *Journal of Advances in Environmental Health Research*. 1(2): 81-8.
- Malik, Zahid Ahmad, Eugenia P.LAL, Zahoor Ahmad Mir. 2014. Diverse Effect of Cadmium and Lead on Growth and Yield of Carrot (*Daucus Carota*). *International Journal of Pharma and Bio Sciences*. 5(4): (B) 231 – 236.
- Maria, S. 2009. Penentuan Kadar Logam Besi (Fe) Dalam Tepung Gandum Dengan Cara Destruski Basah Dan Destruksi Kering Dengan Spektrofotometri Serapan Atom Sesuai Standar Nasional Indonesia (SNI) 01-3751-2006. *Skripsi* Diterbitkan. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Namik K. Aras, O. Dan A.Yavuz. 2006. *Trace Element Analysis of food and diet*. *The Royal Society of Chemistry*. Cambridge. Hal : 66 – 67.
- Naria, E. 2005. Mewaspada Dampak Bahan Pencemar Timbal (Pb) di Lingkungan Terhadap Kesehatan. *Jurnal Komunikasi Penelitian*, 14 (4) 3-4.
- Naser, Habib Mohammad, N. C. Shill, N. U. Mahmud. 2009. Lead, Cadmium and Nikel Contents og Vegetables Grown in Indutrially Polluted and Non-Polluted Areas of Bangladesh. (4) : 545-554.
- Palar. 2004. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Penerbit Rineka Cipta.
- Patnaik, Pradot. 2004. *Dean's Analytical Chemistry Handbook Second Edition* . New York : McGraw-Hill. Hal 1.30
- 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.
- Rukmana, R. 2003. *Bertanam Kangkung*. Yogyakarta: Kanisius.
- Saryan, L. A. & Zenz, C. 1994. *Lead and its compounds*. New York: Occupational Medicine.
- 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
- Setyawan, A. D. 2004. Pencemaran Logam Berat Fe, Cd, Cr, dan Pb pada lahan Pertanian di Provinsi Jawa Tengah. *ISSN Enviro*. Semarang.
- Skoog, D. A. 1985. *Analytical Chemistry*, Fith Edition New York, Sounder College Publishing.
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh Secara Kering dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis. *Proseding*

- Seminar Nasional Metode Analisis*. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI.
- Suprayatmi, M. 2011. *Makanan dalam Pandangan Islam*.
[Http://muslimahbelinda.blogspot.com](http://muslimahbelinda.blogspot.com) (Diakses 02 Agustus 2016).
- Supriyanto, C., Samin, & Zainul, K. 2009. Analisis Cemaran Logam Berat Pb, Cu, dan Cd pada Ikan Air Tawar dengan Metode Spektrometri Nyala Serapan Atom (SSA). *Prosding3rdSeminar Nasional*. Yogyakarta: BATAN.
- Suratman, Priyanto D, Setyawan AD. 2000. Analisis keragaman genus *Ipomoea* berdasarkan karakter morfologi. *Biodiversitas* 1(2):72-79.
- 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.
- Vogel.1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta : Kalman Media Pustaka.
- Wulandari, E. A dan Sukesu. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput 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

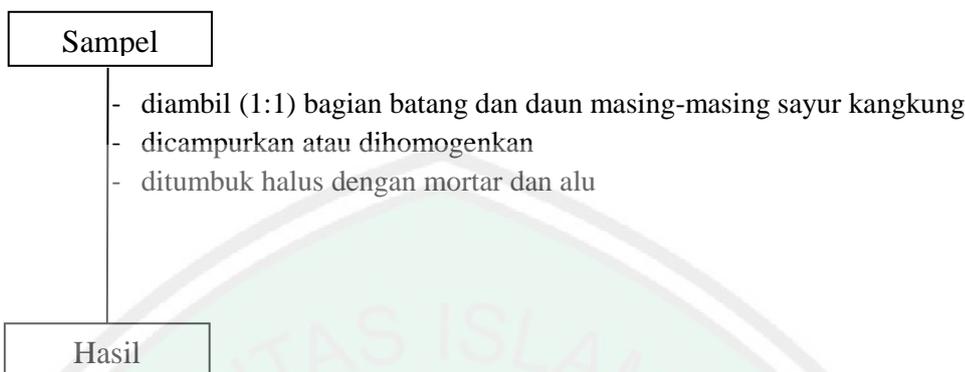
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

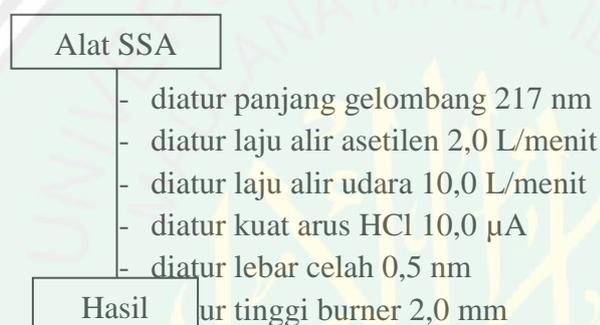


Lampiran 2. Skema Kerja

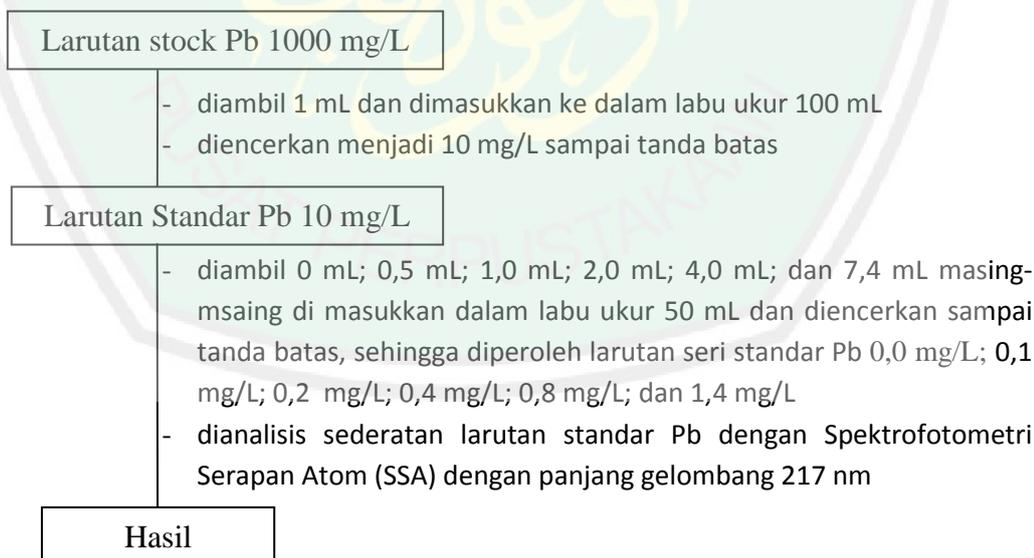
1. Preparasi Sampel



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

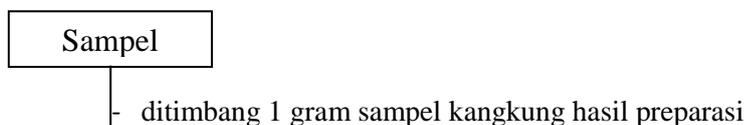


3. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)



4. Preparasi Sampel Menggunakan Variasi Metode Destruksi Basah

➤ Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka



- 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 sampai larutan bening
- larutan didinginkan sampai suhu kamar
- disaring dengan menggunakan kertas Whatman 42
- dimasukkan ke dalam labu takar 10 mL
- diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Hasil

➤ **Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup**

Sampel

- ditimbang 1 gram sampel kangkung hasil preparasi
- dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL yang dilengkapi kondensor air
- ditambahkan dengan HNO₃ 65% p.a 15 mL dan baut didih di dalam refluks
- dipanaskan dengan suhu 100°C sampai larutan bening diatas *hot plate*
- larutan hasil refluks didinginkan sampai suhu kamar
- larutan disaring dengan kertas Whatman 42
- dimasukkan ke dalam labu takar 20 mL
- diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Hasil

5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sayur Kangkung

Sampel

- diambil sebanyak 1 gram sampel kangkung dari masing-masing sampel A dan sampel B
- dilakukan analisis dengan menggunakan metode destruksi dan larutan zat pengoksidasi terbaik yang telah diperoleh
- dilakukan uji kadar timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

- dianalisis dengan metode uji varian *Two Way Anova* untuk mengetahui apakah penggunaan metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi terbaik mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi
- dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali dari masing-masing sampel A dan B berdasarkan tabel berikut :

Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)			
Jenis Sampel	Ulangan		
	Ulangan 1 (U ₁)	Ulangan 2 (U ₂)	Ulangan 3 (U ₃)
Kangkung Darat (A)	AU ₁	AU ₂	AU ₃
Kangkung Air (B)	BU ₁	BU ₂	BU ₃

Hasil

Lampiran 3. Perhitungan

1. Pembuatan Larutan Stok 1000 ppm Pb^{2+} dari persenyawaan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

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

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

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

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

$$= 1598,97 \text{ mg} = 1,59897 \text{ gr}$$

Sehingga larutan stok 1000 ppm Pb^{2+} dibuat dengan cara ditimbang 1,59897 gr $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ kemudian dilarutkan dalam aquades sampai volume 100 mL.

2. Pembuatan Kurva Standar Timbal

a. Pembuatan larutan induk 1000 mg/L menjadi 10 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 10 mg/L dibuat dengan cara dipipet 1 mL larutan induk 1000 ppm kemudian dilarutkan dalam larutan HNO_3 0,5 M.

b. 10 mg/L dalam 50 mL larutan HNO_3 0,5 M menjadi beberapa sederetan larutan standar sebagai berikut :

➤ 0.1 mg/L

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

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

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

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

➤ **0,2 mg/L**

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

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

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

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

➤ **0,4 mg/L**

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

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

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

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

➤ **0,8 mg/L**

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

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

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

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

➤ **1,4 mg/L**

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

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

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

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

3. Pembuatan HNO₃ 0,5 M

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

$$M = \frac{65 \times 10 \times 1,4 \text{ g/L}}{63 \text{ g/mol}}$$

$$= 14,4 \text{ M}$$

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

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

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

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

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

a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

Zat Pengoksidasi	Metode Destruksi Terbuka			Metode Destruksi tertutup (<i>Refluks</i>)		
	1	2	3	1	2	3
	HNO ₃	0,127 mg/L	0,240 mg/L	0,228 mg/L	0,531 mg/L	0,548 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (1:1)	0,527 mg/L	0,484 mg/L	0,549 mg/L	0,549 mg/L	0,571 mg/L	0,616 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (3:1)	0,457 mg/L	0,462 mg/L	0,487 mg/L	0,495 mg/L	0,490 mg/L	0,489 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (5:1)	0,471 mg/L	0,492 mg/L	0,498 mg/L	0,446 mg/L	0,455 mg/L	0,458 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (8:1)	0,492 mg/L	0,487 mg/L	0,469 mg/L	0,443 mg/L	0,428 mg/L	0,454 mg/L

b. Kadar Sebenarnya

Zat Pengoksidasi	Metode Destruksi Terbuka			Metode Destruksi Tertutup		
	1	2	3	1	2	3

HNO ₃	1,256	2,210	2,254	10,620	10,970	10,842
	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
HNO ₃ + HClO ₄	4,562	4,701	5,438	10,968	11,362	12,313
(1:1)	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
HNO ₃ + HClO ₄	4,477	4,598	4,811	9,900	9,779	9,757
(3:1)	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
HNO ₃ + HClO ₄	4,690	4,908	4,974	8,920	9,090	9,045
(5:1)	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg
HNO ₃ + HClO ₄	4,872	4,814	4,679	8,860	8,560	8,080
(8:1)	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg

a. Destruksi Basah Terbuka

- Pelarut HNO₃

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

$$Y1a = \frac{\left(0,127 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0113 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 1,256 \text{ mg/kg}$$

$$Y1b = \frac{\left(0,240 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0859 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 2,210 \text{ mg/kg}$$

$$Y1c = \frac{\left(0,228 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0115 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 2,254 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO₃ + HClO₄ (1:1)

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

$$Y2a = \frac{\left(0,527 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,1552 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,562 \text{ mg/kg}$$

$$Y2b = \frac{\left(0,484 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0296 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,701 \text{ mg/kg}$$

$$Y2c = \frac{\left(0,549 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0095 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 5,438 \text{ mg/kg}$$

- **Pelarut HNO₃ + HClO₄ (3:1)**

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

$$Y3a = \frac{\left(0,457 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0206 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,477 \text{ mg/kg}$$

$$Y3b = \frac{\left(0,462 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0048 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,598 \text{ mg/kg}$$

$$Y3c = \frac{\left(0,487 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0122 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,811 \text{ mg/kg}$$

- **Pelarut HNO₃ + HClO₄ (5:1)**

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

$$Y_{4a} = \frac{\left(0,471 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0042 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,690 \text{ mg/kg}$$

$$Y_{4b} = \frac{\left(0,492 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0024 \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,908 \text{ mg/kg}$$

$$Y_{4c} = \frac{\left(0,498 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,00114 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,974 \text{ mg/kg}$$

- **Pelarut HNO₃ + HClO₄ (8:1)**

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

Sampel

$$Y_{5a} = \frac{\left(0,492 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0099 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,872 \text{ mg/kg}$$

$$Y_{5b} = \frac{\left(0,487 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0116 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,814 \text{ mg/kg}$$

$$Y_{5c} = \frac{\left(0,469 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 1 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0023 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 4,679 \text{ mg/kg}$$

b. Destruksi Tertutup

- **Pelarut HNO₃**

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

$$Y1a = \frac{\left(0,531 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 10,620 \text{ mg/kg}$$

$$Y1b = \frac{\left(0,548 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(0,9991 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 10,970 \text{ mg/kg}$$

$$Y1c = \frac{\left(0,549 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0127 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 10,842 \text{ mg/kg}$$

- **Pelarut HNO₃ + HClO₄ (1:1)**

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

$$Y2a = \frac{\left(0,549 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0011 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 10,968 \text{ mg/kg}$$

$$Y2b = \frac{\left(0,571 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0051 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 11,362 \text{ mg/kg}$$

$$Y2c = \frac{\left(0,616 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0006 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 12,313 \text{ mg/kg}$$

- **Pelarut HNO₃ + HClO₄ (3:1)**

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

$$Y_{3a} = \frac{\left(0,495 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0000 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$
$$= 9,900 \text{ mg/kg}$$

$$Y_{3b} = \frac{\left(0,490 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0021 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$
$$= 9,779 \text{ mg/kg}$$

$$Y_{3c} = \frac{\left(0,489 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0023 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$
$$= 9,757 \text{ mg/kg}$$

- **Pelarut HNO₃ + HClO₄ (5:1)**

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

$$Y_{4a} = \frac{\left(0,446 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$
$$= 8,920 \text{ mg/kg}$$

$$Y_{4b} = \frac{\left(0,455 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0011 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$
$$= 9,090 \text{ mg/kg}$$

$$Y_{4c} = \frac{\left(0,458 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,0127 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$
$$= 9,045 \text{ mg/kg}$$

- **Pelarut HNO₃ + HClO₄ (8:1)**

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

$$Y5a = \frac{\left(0,443 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 8,860 \text{ mg/kg}$$

$$Y5b = \frac{\left(0,428 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 8,560 \text{ mg/kg}$$

$$Y5c = \frac{\left(0,454 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 9,080 \text{ mg/kg}$$

5. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Masing-masing Sampel Kangkung

a. Kadar yang Terbaca Instrumen

Sampel Kangkung	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
	1	2	3
Kangkung Darat	0,382 mg/L	0,371 mg/L	0,379 mg/L
Kangkung Air	0,440 mg/L	0,416 mg/L	0,417 mg/L

b. Kadar Sebenarnya

Sampel Kangkung	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
	1	2	3
Kangkung Darat	7,632 mg/kg	7,413 mg/kg	7,572 mg/kg
Kangkung Air	8,791 mg/kg	8,312 mg/kg	8,331 mg/kg

a. Kangkung Darat

$$A1 = \frac{\left(0,382 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,001 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 7,632 \text{ mg/kg}$$

$$A2 = \frac{\left(0,371 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,001 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 7,413 \text{ mg/kg}$$

$$A3 = \frac{\left(0,379 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,001 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 7,572 \text{ mg/kg}$$

b. Kangkung Air

$$B1 = \frac{\left(0,440 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,001 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 8,791 \text{ mg/kg}$$

$$B2 = \frac{\left(0,416 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,001 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 8,312 \text{ mg/kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,417 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 2 \times 10^{-2} \text{ L}}{\left(1,001 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 8,331 \text{ mg/kg}$$

Lampiran 4. Dokumentasi Penelitian



Sampel Kangkung Air



Sampel Kangkung Darat



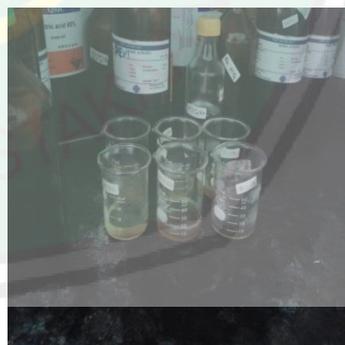
Hasil Preparasi



Sampel + Campuran
Zat Pengoksidasi



Destruksi Basah
Terbuka



Hasil Destruksi Basah
Terbuka



Destruksi Basah Tertutup



Hasil Destruksi Basah Tertutup



Proses Penyaringan



Penambahan HNO₃ 0,5 M



Sampel siap di SSA



Deret Larutan Hasil Destruksi



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

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

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama : Rahmatul Laili
 NIM : 12630020
 Judul Skripsi : Penentuan Kadar Timbal (Pb) Dalam Karakuru menggunakan Variasi Zat Pengoksidasi dan Metode destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Pembimbing Utama : Diana Candra Dewi, M.Si
 Pembimbing Agama : Ahmad Hanapi, M.Sc
 Konsultan : Susi Nurul Khatifah, M.Si

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
1.	11-09-2015	Bab I, II, III	Membuat tabel lanjutan zat pengoksidasi	<i>[Signature]</i>
2.	22-09-2015	Pengantian Judul & Metode destruksi	Menggunakan variasi zat pengoksidasi & hanyat destruksi basah	<i>[Signature]</i>
3.	8-10-2015	Bab III	mencairi jurnal perbandingan zat pengoksidasi	<i>[Signature]</i>
4.	22-10-2015	Bab I, II, III	Banyak yang direvisi	<i>[Signature]</i>
5.	12-11-2015	Jurnal Perbandingan zat pengoksidasi	mencairi perbandingan zat pengoksidasi	<i>[Signature]</i>
6.	26-11-2015	Jurnal	Mencari banyak jurnal	<i>[Signature]</i>
7.	16-12-2015	Bab I	diambilkan banyak jurnal	<i>[Signature]</i>
8.	26-12-2015	Bab I, III	analisis data diganti, perbaikan bab I	<i>[Signature]</i>
9.	5-01-2016	Bab I, II, III	perbaiki dan merambak jurnal	<i>[Signature]</i>
10.	8-01-2016	Bab I	Masih banyak yang diperkuat latar belakang	<i>[Signature]</i>
11.	13-01-2016	Bab I	diperbaiki bab I	<i>[Signature]</i>
12.	15-01-2016	Bab I	Latar Belakang masih kurang dan spesifik Rumusan Masalah	<i>[Signature]</i>
13.	18-01-2016	Bab I	Pengantian rumusan Masalah & Batasan masalah	<i>[Signature]</i>
14.	21-01-2016	Bab I & Bab III	Sedikit kata-kata yg salah	<i>[Signature]</i>
15.	26-01-2016	Bab I, II, III	Sedikit yang diperbaiki	<i>[Signature]</i>
16.	10-03-2016	ACC	-	<i>[Signature]</i>
17.	25-07-2016	Bab IV	Diagram diperbaiki, metode lebih dibenahi	<i>[Signature]</i>
18.	27-07-2016	Bab IV	Banyak kesalahan dalam urutan Subbab	<i>[Signature]</i>
19.	29-07-2016	Bab III, IV, V	Sedikit yg direvisi	<i>[Signature]</i>
20.	2-07-2016	Bab IV	Tabel, penulisan banyak yang salah	<i>[Signature]</i>



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

JURUSAN KIMIA

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

No	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Tanda tangan (Pembimbing)
21	2-8-2016	Bab II, III, IV dalam perspektif Islam	Masi banyak kesalahan	
22	5-8-2016	Bab II, III, IV dalam perspektif Islam	Masi banyak kesalahan	
23	9-8-2016	Bab II, IV dalam perspektif Islam	Mengganti ayat yang tidak sesuai	
24	10-8-2016	Bab II & IV dalam perspektif Islam	Dihilangkan kata-kata yang tidak dimengerti	
25	11-8-2016	Bab II & IV dalam perspektif Islam	ACC	
26	11-8-2016	Bab I, II, III, IV, V	ACC	

Malang, Maret 2016.
Pembimbing I

Orana Candra Dewi, M.Si