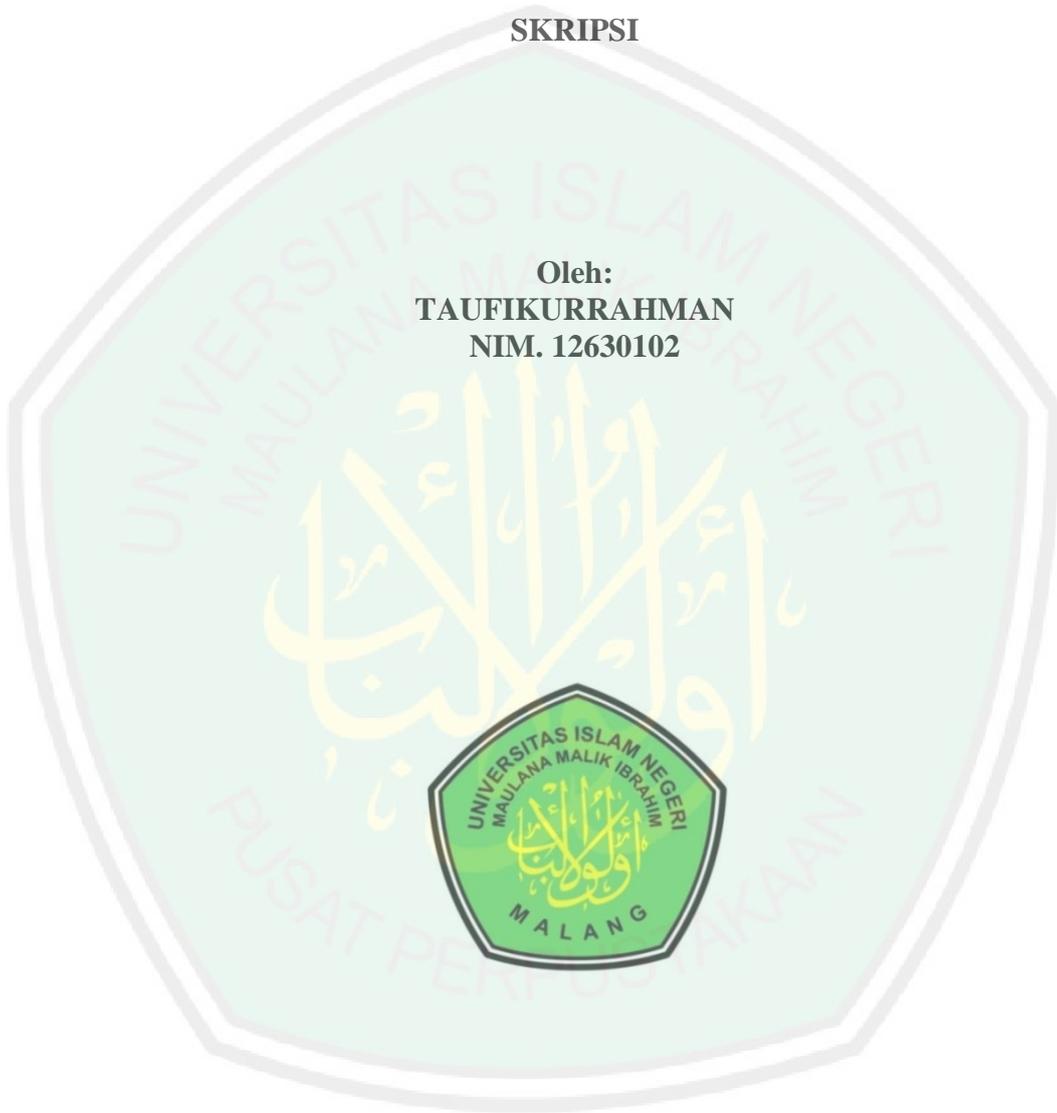


**PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DAN TEMBAGA (Cu) DALAM
TANAMAN RIMPANG MENGGUNAKAN METODE DESTRUKSI
BASAH SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
TAUFIKURRAHMAN
NIM. 12630102



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

**PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DAN TEMBAGA (Cu) DALAM
TANAMAN RIMPANG MENGGUNAKAN METODE DESTRUKSI
BASAH SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
TAUFIKURRAHMAN
NIM. 12630102

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

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

**PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DAN TEMBAGA (Cu) DALAM
TANAMAN RIMPANG MENGGUNAKAN METODE DESTRUKSI
BASAH SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
TAUFIKURRAHMAN
NIM. 12630102

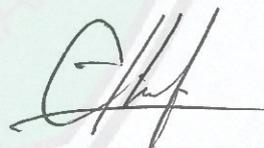
Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal: 27 Oktober 2016

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT.19851225 201608011 069

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia



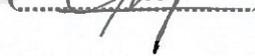
Elok Kamilah Havati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

**PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DAN TEMBAGA (Cu) DALAM
TANAMAN RIMPANG MENGGUNAKAN METODE DESTRUKSI
BASAH SECARA SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
TAUFIKURRAHMAN
NIM. 12630102

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 27 Oktober 2016

Penguji Utama	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	()
Ketua Penguji	: Rif'atul Mahmudah, M.Si NIDT. 19830125 201608012 068	()
Sekretaris Penguji	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	()
Anggota Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 201608011 069	()

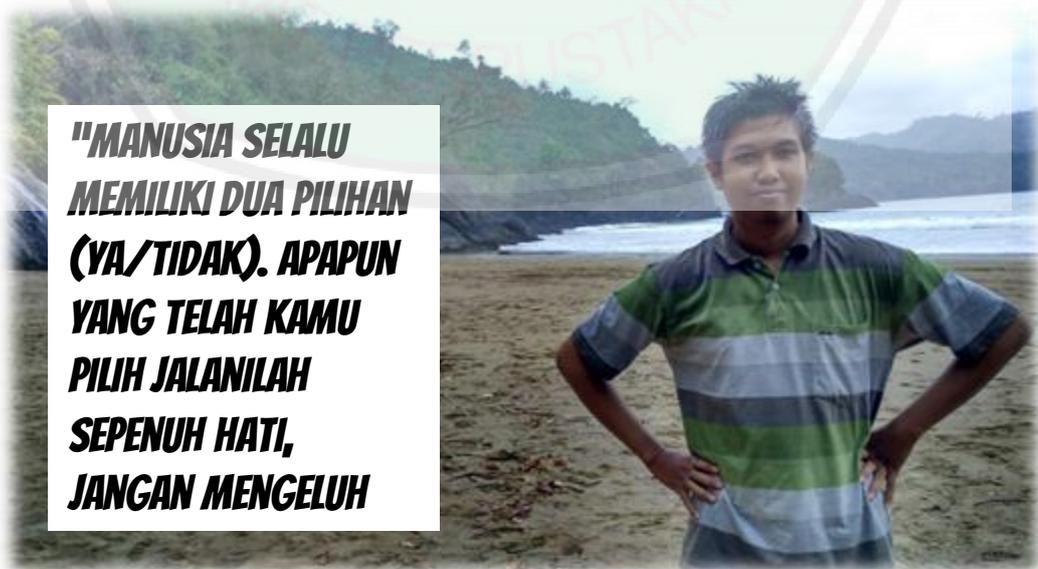
Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia


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

PERSEMBAHAN

Karya tulis SKRIPSI ini ku persembahkan kepada bapak – ibu tercinta dan adik ku yang ku banggakan. Rasa syukur ku untuk Mu ya Rabb, karena dengan rahmat Mu, Engkau telah memberikan hamba untuk berkarya. Terimakasih untuk bapak - ibu, yang telah memberikan dorongan moril, motivasi dan doa agar anakmu ini bisa menyelesaikan studinya. Kepada ibu Diana, ibu Rif'ah, ibu Rahma dan bapak Hanapi, terimakasih telah dengan sabar membimbing muridmu ini. Terimakasih kepada keluarga besar jurusan kimia UIN Malang, bapak – ibu dosen, dan para laboran yang telah sudi dan ikhlas memberikan sebagian ilmu dan pengalamannya untuk bekal kami. Terimakasih untuk keluarga kos MUR FARMA yang telah mengisi hari – hari saya diperantauan dengan pengalaman – pengalaman yang luar biasa. Terimakasih untuk teman – teman kimia angkatan 2012 yang telah berjuang bersama suka dan duka, sukses selalu bersama kalian. Dan terimakasih pula untuk seorang teman yang jauh disana, semoga kita bisa berjumpa lagi di lain kesempatan.

**"MANUSIA SELALU
MEMILIKI DUA PILIHAN
(YA/TIDAK). APAPUN
YANG TELAH KAMU
PILIH JALANILAH
SEPENUH HATI,
JANGAN MENGELUH**



**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : TAUFIKURRAHMAN
NIM : 12630102
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia
Judul Penelitian : “Penentuan Kadar Timbal (Pb) Dan Tembaga (Cu) Dalam Tanaman Rimpang Menggunakan Metode Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”

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

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

Malang, 27, Oktober, 2016

Yang Membuat Pernyataan,



TAUFIKURRAHMAN
NIM. 12630102

KATA PENGANTAR

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Puji syukur bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karuniaNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DAN TEMBAGA (Cu) DALAM TANAMAN RIMPANG MENGGUNAKAN METODE DESTRUKSI BASAH SECARA SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan pada Nabi Muhammad SAW, sosok teladan personal dalam membangun budaya pemikiran dan peradaban akademik. Untuk itu, iringan doa dan ucapan teimakasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada:

1. Bapak Prof. DR. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si, Bapak Ahmad Hanapi, M.Sc dan Ibu Rifatul Mahmudah, M.Si selaku dosen pembimbing dan konsultan, yang telah meluangkan waktu untuk senantiasa membimbing dan memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.
5. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia UIN Maulan Malik Ibrahim Malang, yang telah memberikan motivasi, pengalaman, dan pengetahuannya kepada penulis.
6. Ayahanda, Ibunda, dan Adik tercinta yang senantiasa memberikan doa kepada penulis dalam menuntut ilmu dan membangun nilai kejujuran.
7. Teman – teman kimia angkatan 2012 yang telah berjuang bersama dalam suka dan duka.
8. Kepada semua pihak yang ikut membantu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materiil.

Penulis menyadari bahwa Skripsi ini masih jauh dari sempurna. Oleh sebab itu saran dan kritik yang bersifat membangun sangat penulis harapkan

demi kesempurnaan Skripsi ini. Semoga ini dapat menjadi bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, Oktober 2016

Penulis



DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGAJUAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
BAB I PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	6
1.3. Tujuan Penelitian.....	7
1.4. Batasan Masalah	7
1.5. Manfaat Penelitian	8
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Tanaman Rimpang	9
2.1.1 Jahe (<i>Zingiber Officinale</i> Ros.)	9
2.1.2 Kunyit	10
2.1.3 Kencur (<i>Kaempferia Galanga</i> L)	12
2.1.4 Lengkuas (<i>Alpinia Galanga</i> L)	13
2.1.5 Temu Kunci	14
2.2 Logam.....	15
2.2.1 Logam Timbal (Pb).....	15
2.2.2 Logam Tembaga (Cu)	17
2.2.3 Sumber Cemaran Serta Toksisitas Logam Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu)	18
2.3 Destruksi Basah Tertutup.....	21
2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	23
2.5 Uji One Way Annova	27
2.6 Makanan Dalam Perspektif Islam.....	29
BAB III METODOLOGI	
3.1. Pelaksanaan Penelitian	32
3.2. Jenis Penelitian.....	32
3.3. Alat Dan Bahan Penelitian	32
3.3.1 Alat.....	32
3.3.2 Bahan	33
3.4. Tahapan Penelitian	33
3.5. Cara Kerja.....	33
3.5.1 Pemilihan Dan Preparasi Sampel Campuran	33

3.5.2	Analisis Kadar Air	34
3.5.3	Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Logam Pb Dan Cu	34
3.5.4	Pembuatan Larutan Standar Pb Dan Cu	35
3.5.5	Penentuan Variasi Komposisi Zat Pendestruksi Terbaik Untuk Sampel Rimpang	36
3.5.6	Penentuan Kadar Logam Tembaga (Cu) Dan Timbal (Pb) Dalam Sampel Rimpang.....	37
3.5.7	Validasi Metode.....	37
3.5.8	Analisis Data	37
3.5.8.1	Penentuan Linearitas	38
3.5.8.2	Penentuan Konsentrasi Logam Pb dan Cu Sebenarnya	38
 BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		
4.1	Pengambilan Sampel	39
4.2	Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	40
4.3	Pembuatan Kuva Standar	42
4.4	Preparasi Sampel	44
4.5	Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Logam tembaga (Cu) Dan Timbal (Pb) Dalam Sampel Tanaman Rimpang	49
4.6	Penentuan Kadar Logam Pada Sampel	54
4.7	Kajian Hasil Analisis Dalam Perspektif Islam	57
 BAB V PENUTUP		
5.1	Kesimpulan	60
5.2	Saran	60
 DAFTAR PUSTAKA		61
Lampiran 1: Rancangan Penelitian		66
Lampiran 2: Diagram Alir		67
Lampiran 3: Perhitungan		71

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1A. Tanaman Jahe	10
Gambar 2.1.B Rimpang Jahe.....	10
Gambar 2.2 Rimpang Kunyit	11
Gambar 2.3 Rimpang Kencur.....	12
Gambar 2.4 Rimpang Lengkuas	13
Gambar 2.5 Tanaman Temu Kunci.....	14
Gambar 2.6 Skema Proses Atomisasi Dan Eksitasi Pada SSA	25
Gambar 2.7 Skema Umum Komponen Spektroskopi Serapan Atom	25
Gambar 4.1 Grafik Kurva Kalibrasi Tembaga	43
Gambar 4.2 Grafik Kurva Kalibrasi Tembaga	44
Gambar 4.3 Grafik Kadar Logam Tembaga (Cu) Dan Timbal (Pb) Pada Lima Jenis Sampel Rimpang	55

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Empat kategori timbal (Pb) dalam orang dewasa	19
Tabel 2.2 Spesifikasi Persyaratan Khusus.....	20
Tabel 2.3 kondisi Optimum peralatan SSA pada logam Cu dan Pb	26
Tabel 3.1 Perlakuan terhadap sampel.....	36
Tabel 3.2 Hasil Analisis Kadar Logam tembaga (Cu) dan Timbal (Pb)	37
Tabel 4.1 Kadar Air Pada Lima Jenis Tanaman Rimpang	40
Tabel 4.2 Parameter Pengukuran Logam Cu dan Pb secara SSA	41
Tabel 4.3 Kadar Logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) dalam Larutan Sampel Menggunakan Destruksi Basah Refluks Secara SSA	50
Tabel 4.4 Hasil Uji One Way Anova Pengaruh Variasi Zat Pengoksidasi Terhadap Perolehan Kadar Logam Pb Dalam Sampel Tanaman Rimpang ...	52
Tabel 4.4 Hasil Uji One Way Anova Pengaruh Variasi Zat Pengoksidasi Terhadap Perolehan Kadar Logam Cu Dalam Sampel Tanaman Rimpang ..	53

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian.....	66
Lampiran 2 Diagram Alir	67
Lampiran 3 Perhitungan.....	71
Lampiran 4 Dokumentasi	85



ABSTRAK

Taufikurrahman. 2016. Penentuan Kadar Timbal (Pb) Dan Tembaga (Cu) Dalam Tanaman Rimpang Menggunakan Metode Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Skripsi Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I : Diana Candra Dewi, M.Si., Pembimbing Agama: Ahmad Hanapi, M.Sc., Konsultan : Rifatul Mahmudah, M.Si
Kata Kunci: rimpang, destruksi basah *refluks*, oksidator, Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Rimpang merupakan salah satu jenis bagian dari tumbuhan yang sering digunakan masyarakat Indonesia sebagai rempah dalam masakan. Proses penanaman dan distribusi dapat menyebabkan akumulasi logam timbal dan tembaga pada rimpang. Penelitian ini bertujuan mengetahui komposisi zat pengoksidasi terbaik dengan destruksi *refluks* untuk analisa kadar timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dalam sampel rimpang secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Penelitian ini meliputi penentuan komposisi zat pengoksidasi terbaik dengan cara mencampurkan lima jenis sampel meliputi jahe, kunyit, kencur, temukunci dan lengkuas kemudian di destruksi basah *refluks* dengan variasi komposisi zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1), dan (4:1) sebanyak 15 mL. Komposisi zat pengoksidasi terbaik digunakan untuk destruksi timbal (Pb) dan tembaga (Cu) pada setiap sampel rimpang.

Hasil analisis dengan uji *one way anova* menunjukkan bahwa komposisi zat pengoksidasi terbaik untuk logam Pb dan Cu dalam sampel rimpang adalah $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1). Kadar logam Cu pada jahe, kunyit, kencur, temukunci dan lengkuas berturut – turut sebesar 4,273 mg/kg, 4,967 mg/kg, 4,570 mg/kg, 4,273 mg/kg, dan 4,059 mg/kg. Sedangkan untuk Kadar logam Pb pada jahe, kunyit, kencur, temukunci dan lengkuas berturut – turut sebesar 3,782 mg/kg, 9,015 mg/kg, 9,983 mg/kg, 3,832 mg/kg dan 9,918 mg/kg.

ABSTRACT

Taufikurrahman. 2016. Determination Of Level Of Lead (Pb) And Copper (Cu) In Rhizome By Using Wet Destruction Method Based On Atomic Absorbtion Spektrofotometer (AAS). Thesis Of Chemistry Department. Faculty Of Science And Technology. Islamic State University Of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor: Diana Candra Dewi, M.Si, Religion Supervisor: Ahmad Hanapi, M.Sc., Consultant: Rif'atul Mahmudah, M.Si

Key word: Rhizome, reflux destruction, oxidizer, Atomic Absorbtion Spektrofotometer (AAS)

Rhizome is one of the plants which is usually used by Indonesian people as spices for their food. In cultivation and distribution may cause accumulation of lead and copper in rhizome. The aim of this research is know the best composition of oxidizing agent with reflux destruction for analysis of lead (Pb) and copper (Cu) in sample rhizome on atomic absorbtion spektrofotometer (AAS).

This research included the determination of the variation of oxidizer composition by combining five sample that is ginger, turmeric, kencur, fingerrot and galanga and it is destructed by reflux destruction with resolvent $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1) and (4:1) 15 mL. The best composition of oxidizing used for destruction lead and copper in each sample rhizomes.

The result test analysis of one way anova showed that the oxidizer composition for lead and copper in rhizome was $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1). Copper metal content in ginger, turmeric, kencur, fingerroot and galangal is 4,273 mg/kg, 4,967 mg/kg, 4,570 mg/kg, 4,273 mg/kg, and 4,059 mg/kg. Lead metal content in ginger, turmeric, kencur, fingerroot and galangal is 3,782 mg/kg, 9,015 mg/kg, 9,983 mg/kg, 3,832 mg/kg and 9,918 mg/kg.

الملخص

توفيق الرحمن. ٢٠١٦. تحديد مستويات من الرصاص والنحاس في جذمور بالطريق التدمير الرطب على القياس الطيفي الامتصاص الذري. بحث جامعي قسم الكيمياء ، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الإسلامية الحكومية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأولى: ديانا جانديرا ديوي، الماجستير، المشرف الدين: أحمد حنفي، الماجستير، المستشار: رفة المحمودة، الماجستير
كلمات الرئيسية: جذمور، تدمير الرطب الجزر ، مؤكسد، القياس الطيفي الامتصاص الذري

جذمور هو واحد من أجزاء النباتات الذي يستحيد منه من المجتمع اندونيسيا كتوابل في الطبخ. يطن جذمور من عملية زراعة وتوزيعه يمتص الرصاص و النحاس. اما الهدي هذا اليحت هو لتعريف مكون في افضل ما دت موكسدات بطريوتحريب ارداد لتحليل مستويات الرصاص و النحاس في عينات جذمور بالطبيعي لا متصاالذري
يستعمل اليحت على تحديد مكون في افضل ماده مؤكسد عن طريق خلط جميع أنواع الزنجبيل، والكركم، كينجور، واجتماع مهم الخولنجان ثم يحربون باء زتارمع اختلافات مكوت مادة موكسدات HNO_3+HClO_4 ، (٢:١) و (٤:١) ١٥ ميل لتر. يستخد في افضل مادة موكسدات لتخديبا الرصاص والنحاس في كل كل عينات جذمور
طهرن نتائج التحليل يطريق *one way anova* أن مكون في أنفوما المؤكسد للرصاص والنحاس في عينات جذمور هو (٢:١) $(HNO_3 + HClO_4)$. مسوى معدن النحاس في الزنجبيل، والكركم، كينجور، واجتماع مهم الخولنجان من ٤.٢٧٣ ميل غرام / كيلوغرام ٤,٩٦٧ غرام / كيلوغرام ٤.٥٧٠ ميل غرام / كيلوغرام ٤.٢٧٣ ميل غرام / كيلوغرام و ٤.٠٥٩ ميل غرام / كيلوغرام. مسوى معدن الرصاص في الزنجبيل، والكركم، كينجور، واجتماع مهم الخولنجان من ٣.٧٨٢ ميل غرام / كيلوغرام ٩,٠١٥ ميل غرام / كيلوغرام. ٩,٩٨٣ ميل غرام / كيلوغرام. ٣,٨٣٢ ميل غرام / كيلوغرام. ٩,٩١٨ ميل غرام / كيلوغرام.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Makanan memiliki peranan penting dalam aspek kehidupan manusia. Baik buruknya kualitas kesehatan dipengaruhi oleh makanan yang dikonsumsi. Kualitas makanan ataupun bahan makanan di alam tak lepas dari berbagai pengaruh seperti kebersihan bahan baku, pengolahan dan kondisi lingkungan yang menjadikan makanan tersebut layak atau tidak untuk dikonsumsi (Rahmawati, 2015).

Masyarakat Indonesia cenderung acuh terhadap makanan yang mereka konsumsi, khususnya dalam segi gizi, kehalalan dan kandungan yang ada dalam makanan tersebut. Masyarakat Indonesia yang mayoritas muslim telah dikenalkan pada konsep makanan *Halalan Thayyiban* sebagaimana telah disebutkan dalam al Qur'an Surat al Baqarah : 168 yaitu:

يَأْتِيهَا النَّاسُ كُلُّوا مِمَّا فِي الْأَرْضِ حَلَالًا طَيِّبًا وَلَا تَتَّبِعُوا خُطُوَاتِ الشَّيْطَانِ إِنَّهُ لَكُمْ عَدُوٌّ



"Hai manusia, makanlah yang halal lagi baik dari apa yang terdapat di bumi dan janganlah kamu mengikuti langkah-langkah syaithan, karena sesungguhnya syaitan adalah musuh yang nyata bagimu"

Ayat di atas berisi seruan agar kita memilih makanan yang halal dan baik, serta larangan mengikuti langkah – langkah syaithan. Dalam tafsir Quraish Shihab dijelaskan bahwa Allah telah menyediakan makanan yang halal dan baik. Namun Allah juga mengingatkan kepada manusia agar jangan mengikuti langkah syaithan yang merayu manusia untuk memakan yang haram, karena syaitan adalah musuh

yang nyata bagi manusia. Makanan halal dapat didasarkan pada zat makanan tersebut maupun cara mendapatkannya. Sedangkan makanan yang baik adalah makanan yang lezat rasanya, bergizi dan tidak berbahaya jika dikonsumsi. Konsep makan *Halalan Thayyiban* merupakan satu aturan tidak dapat dipisahkan. Menurut Ibnu Kathir, halal merujuk kepada suatu ketetapan dari Allah SWT dan *thayyiban* suatu ketetapan yang diperoleh dari keadaan orang tersebut. Oleh karena itu, sebagai hamba Allah SWT yang diberikan kelebihan berupa akal, hendaknya manusia memperhatikan makanan yang masuk ke dalam tubuhnya sehingga tidak membahayakan kesehatannya.

Indonesia merupakan salah satu negara yang mempunyai khazanah tersendiri dalam pengolahan masakan tradisionalnya. Salah satu yang sering dijumpai pada masyarakat Indonesia adalah penambahan rempah (Shobana dan Naidu, 2000; Nagababu dan Lakshmaiah, 1992). Penambahan rempah dalam makanan tidak hanya untuk mendapatkan aroma, rasa dan meningkatkan penampilan makanan, tapi juga mempunyai efek kesehatan. Salah satu bagian tanaman yang biasa digunakan sebagai rempah yaitu rimpang. Contoh jenis rimpang yang sering digunakan yaitu jahe, kunyit, kencur, lengkuas dan temukunci.

Tanaman rimpang dapat tercemar logam berat melalui media tanam atau tanah, pestisida, pupuk, dan udara (Erdayanti, 2015). Bagian tanaman yang sering dikonsumsi adalah batang, daun, dan akar, sehingga dari media tersebut tanaman dapat menjadi mediator penyebaran logam berat pada makhluk hidup. Logam berat terserap kedalam jaringan tanaman melalui akar dan daun, yang selanjutnya melalui siklus rantai makanan (Alloway, 1990). Mengonsumsi

makanan yang mengandung logam berat secara terus akan terakumulasi pada jaringan tubuh dan dapat menimbulkan keracunan pada manusia, hewan, dan tumbuhan.

Kunyit yang ditanam di Malaysia terindikasi mengandung logam berat tembaga (Cu) dan logam timbal (Pb) sebesar 76,8 mg/kg, dan 37,3 mg/kg (Sahibi, dkk., 2012). Rempah jahe yang di temukan di Pakistan juga teridentifikasi mengandung cemaran logam seperti tembaga (Cu) sebesar 3,05 mg/kg dan timbal (Pb) sebesar 70 mg/kg (Mubeen, dkk., 2009). Di India cemaran logam timbal (Pb) temukan pada kunyit dengan kadar 0,693 ppm (Sharman, dkk., 2014). Cemaran logam lainnya juga di temukan pada jenis rimpang jahe dan kunyit yang tumbuh dan beredar di Polandia. Cemaran pada kunyit dilaporkan dengan kadar timbal (Pb) 0,38 mg/kg dan tembaga (Cu) 4,18 mg/kg, Sedangkan pada jahe dilaporkan kadar timbal (Pb) 0,39 mg/kg dan tembaga (Cu) 4,33 mg/kg (Krejpico, dkk. 2007). Penelitian di India didapatkan cemaran logam timbal (Pb) sebesar 1,89 ppm pada jahe (Sharman, 2014). Oleh karena itu, maka diperlukan penelitian lebih lanjut terhadap konsentrasi logam timbal dan tembaga pada tanaman rimpang yang dijual di pasaran.

Proses pengeringan merupakan proses mengurangi kadar air yang terjadi akibat penguapan air ke udara karena perbedaan kandungan uap air antara udara dengan bahan yang dikeringkan (Taib, dkk. 1988). Pengeringan bertujuan untuk mengurangi kadar air bahan sampai batas dimana perkembangan mikroorganisme dan kegiatan enzim yang dapat menyebabkan pembusukan terhambat atau terhenti. Pengeringan dapat dilakukan dengan cara alami dengan menggunakan sinar matahari atau dengan menggunakan oven. Pengeringan sampel rimpang

yang dilakukan oleh Umar dan Zubair (2014) menggunakan oven dengan suhu 80 °C. Pengeringan dengan suhu 100 °C akan lebih efektif karena air akan cepat menguap pada suhu tersebut namun tidak akan mempengaruhi kadar logam yang dianalisis disebabkan titik didih logam yang jauh diatas suhu yang digunakan untuk pengeringan. Adapun penelitian yang dilakukan oleh Odum (1993) diperoleh korelasi suhu dengan kadar kadar logam Cd dalam sampel kerang thokthok. Hal ini menunjukkan hubungan searah antara kenaikan suhu dengan reaksi kimia, dan metabolisme.

Destruksi menurut Muchtadi (2009) merupakan tahapan preparasi yang bertujuan untuk menghilangkan efek matriks pada sampel, maka dalam pendestruksi hendaknya memilih zat pengoksidasi yang cocok baik untuk logam maupun jenis makanan yang akan dianalisis. Preparasi sampel bertujuan untuk mengubah analit menjadi bentuk yang dapat diukur sehingga preparasi sampel merupakan tahapan yang sangat penting karena dapat mempengaruhi hasil analisis. Preparasi sampel dapat dilakukan dengan cara destruksi basah menggunakan zat pengoksidasi. Penggunaan destruksi basah bertujuan untuk mengurangi resiko hilangnya logam yang diakibatkan pemanasan yang sangat tinggi. Selain itu destruksi basah tidak memerlukan waktu pemanasan yang lama, dan menghasilkan kadar logam yang maksimal.

Destruksi basah digunakan untuk perombakan sampel organik dengan asam-asam kuat, baik tunggal maupun campuran seperti asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), asam perklorat (HClO_4) dan asam peroksida (H_2O_2) dengan pemanasan pada suhu tertentu sampai larutan berwarna jernih (Muchtadi, 2009). Pemilihan zat pengoksidasi dapat mempengaruhi hasil analisis. Semakin baik zat

pengoksidasi yang digunakan, maka perolehan kadar logam semakin maksimal. Di Pakistan analisa kadar logam dilakukan dengan menggunakan destruksi basah tertutup (*refluk*) pada variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) (2:1) diperoleh data cemaran timbal (Pb) sebesar 54 – 70 mg/kg (Mubeen, dkk., 2009). Analisa cemaran logam pada jahe juga dilakukan dengan destruksi basah dengan pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) (1:1) dengan pelarut tambahan asam klorida (HCl) dan asam sulfat (H_2SO_4) dengan data yang diperoleh positif mengandung cemaran logam besi (Fe), tembaga (Cu), seng (Zn), dan timbal (Pb) (Darko, dkk., 2014). Di Nigeria analisa cemaran logam pada jahe juga dilakukan dengan destruksi refluks dengan pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) (4:1) dengan data cemaran tembaga (Cu) 12,35 mg/kg dan timbal (Pb) 21,75 mg/kg (Umar dan Salihu, 2014). Adapun penelitian Marbaniang, dkk (2012) di India kadar logam kadmium (Cd), tembaga (Cu) dan besi (Fe) dalam kunyit dilakukan dengan menggunakan metode destruksi basah dengan pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) (2:1) dengan data cemaran kadmium (Cd) 0,74 $\mu\text{g/g}$, tembaga (Cu) 11,09 $\mu\text{g/g}$ dan besi (Fe) 251,3 $\mu\text{g/g}$. Berdasarkan penelitian – penelitian yang telah dilakukan diketahui bahwa pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) efisien terhadap jenis sampel rimpang. Dalam penelitian ini asam nitrat (HNO_3) digunakan sebagai pengoksidasi utama, karena asam nitrat (HNO_3) tidak menghasilkan endapan, yang dapat mempengaruhi hasil destruksi. Sedangkan asam perklorat (HClO_4) bertindak sebagai oksidator kuat untuk membantu mendekomposisi matriks organik dari sampel. Untuk mengetahui variasi pelarut

yang terbaik terhadap jenis sampel rimpang maka dilakukan penelitian dengan variasi pelarut $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ (2:1) dan $\text{HNO}_3/\text{HClO}_4$ (4:1).

Kandungan logam berat tembaga dan timbal dapat ditentukan dengan metode SSA (Spektroskopi Serapan Atom) yaitu salah satu metode analisis yang dapat digunakan untuk mengetahui kadar logam berat dalam berbagai sampel organik dan anorganik (Maligan, 2014). Hal tersebut diambil dengan mempertimbangkan kelebihan instrumen SSA (Spektroskopi Serapan Atom) diantaranya kemudahan dalam persiapan sampel, keakuratan tinggi, tingkat reproduksibilitas tinggi, kisaran pemakaian luas dan waktu analisis yang cepat.

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kadar cemaran logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam sampel jahe, kunyit, kencur, lengkuas dan temukunci dengan menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan membandingkan variasi komposisi zat pengoksidasi terbaik dari HNO_3 dan HClO_4 (2:1) dan (4:1) yang bertujuan untuk mendapatkan kadar logam yang maksimal. Hal ini dikarenakan jenis pelarut sangat berpengaruh terhadap destruksi sampel yang akan dianalisis. Selanjutnya variasi zat pengoksidasi terbaik digunakan untuk analisis kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) pada setiap sampel rimpang.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Berapa variasi komposisi zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam sampel tanaman rimpang menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?

2. Berapakah kadar cemaran logam tembaga (Cu) dalam sampel jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci?
3. Berapakah kadar cemaran logam timbal (Pb) dalam sampel jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini:

1. Mengetahui variasi komposisi zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam sampel tanaman rimpang menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Mengetahui kadar cemaran logam tembaga (Cu) dalam sampel jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci.
3. Mengetahui kadar cemaran logam timbal (Pb) dalam sampel jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sampel yang digunakan adalah jahe (*Zingiber Officinale*), kunyit (*Curcuma Longa*), Kencur (*Kaempferia Galanga*), lengkuas (*Alpinia Galanga*), dan temukunci (*Boesenbergia Rotunda*) yang dijual di Pasar tradisional disekitar kota Malang.
2. Metode yang digunakan adalah metode destruksi tertutup menggunakan *refluks*.
3. Zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO₃ dan HClO₄ (4:1) dan HNO₃ dan HClO₄ (2:1).

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini diantaranya memberikan informasi kepada masyarakat mengenai besarnya kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dan kesesuaian dengan standart SNI pada jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tanaman Rimpang

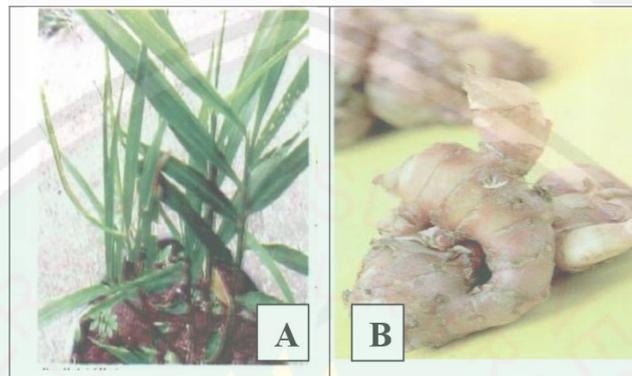
2.1.1 Jahe (*Zingiber officinale* Rosc.)

Tanaman jahe (*Zingiber officinale* Rosc.) termasuk dalam keluarga tumbuhan berbunga (temu-temuan). Diantara jenis rimpang jahe, ada 2 jenis jahe yang telah dikenal secara umum, yaitu jahe merah (*Zingiber officinale* var. *rubrum*) dan jahe putih (*Zingiber officinale* var. *amarum*) (Gholib, 2008). Tanaman ini sudah lama dikenal baik sebagai bumbu masak maupun untuk pengobatan. Rimpang dan batang tanaman jahe sejak tahun 1500 telah digunakan di dalam dunia pengobatan di beberapa negara di Asia (Gholib, 2008). Berikut merupakan taksonomi dari rimpang jahe:

Kingdom	: Plantae
Divisio	: Pteridophyta
Sub-divisio	: Angiospermae
Kelas	: Monocotyledoneae
Ordo	: Scitamineae
Famili	: Zingiberaceae
Genus	: Zingiber
Species	: <i>Zingiber officinale</i>

Jahe merupakan tanaman berbatang semu, tinggi 30 cm sampai dengan 1 m, tegak, tidak bercabang, tersusun atas lembaran pelepah daun, berbentuk bulat, berwarna hijau pucat dan warna pangkal batang kemerahan. Akar jahe berbentuk bulat, ramping, berserat, berwarna putih sampai coklat terang. Tanaman ini

berbunga majemuk berupa mulai muncul dipermukaan tanah, berbentuk tongkat atau bulat telur yang sempit, dan sangat tajam (Wardana, 2002). Penampakan jahe dapat dilihat pada gambar 2.1.



Gambar 2.1.A). Tanaman Jahe, B). Rimpang Jahe (Sumber: Lukito,2007).

Jahe merupakan salah satu tanaman rimpang yang banyak terkontaminasi cemaran logam. Jahe yang di temukan di Pakistan juga teridentifikasi mengandung cemaran tembaga (Cu) sebesar 3,05 mg/Kg dan cemaran logam timbal (Pb) sebesar 70 mg/kg (Mubeen,. dkk. 2009). Cemaran tembaga lainnya juga di temukan pada jenis rimpang jahe yang tumbuh dan beredar di Polandia. Cemaran pada jahe dilaporkan kadar tembaga (Cu) sebesar 4,33 mg/kg dan kadar timbal (Pb) sebesar 0,39 mg/kg (Krejpic, dkk. 2007). Jahe di India juga terkontaminasi oleh logam tembaga (Cu) sebesar 64,27 μ g (Marbaniang. 2012)

2.1.2 Kunyit (*Curcuma Longa*)

Kunyit adalah salah satu jenis tanaman yang telah dikenal di berbagai belahan dunia. Nama lain tanaman ini antara lain kurkuma (Belanda), Saffron (Inggris), Konyet (Sunda), Kunir (Jawa) dan lain sebagainya (Olivia *et al.*, 2006). Rimpang kunyit merupakan akar kunyit yang berbentuk bulat memanjang dan membentuk cabang akar berupa batang yang terdapat di dalam tanah. Rimpang

kunyit terdiri dari rimpang induk dan cabang rimpang (Winarto, 2003). Penampakan kunyit dapat dilihat pada gambar 2.2.



Gambar 2.2. Rimpang Kunyit (Sumber: flexmedia.co.id)

Berikut merupakan taksonomi dari rimpang kunyit (Chattopadhyay *et al.*, 2004):

Kingdom	: Plantae
Divisio	: Spermatophyta
Sub-divisio	: Angiospermae
Kelas	: Monocotyledoneae
Ordo	: Zingiberales
Famili	: Zingiberaceae
Genus	: Curcuma
Species	: Curcuma domestica Val.

Kunyit yang di tanam di India juga teridentifikasi mengandung cemaran logam Pb sebesar 1,89 ppm, dan Cd 0,693 ppm, (Nikita, dkk. 2014). Cemaran logam lainnya juga di temukan pada jenis rimpang kunyit yang tumbuh dan beredar di Polandia. Cemaran pada kunyit dilaporkan kadar tembaga (Cu) sebesar 4,48 mg/kg dan kadar timbal (Pb) sebesar 0,38 mg/kg (Krejpic, dkk. 2007).

2.1.3 Kencur (*Kaempferia Galanga L*)

Kencur merupakan tanaman tropis yang banyak tumbuh di Indonesia, termasuk jenis herba berbatang semu pendek, bahkan tidak berbatang. Memiliki jumlah daun 2-4 helai dan letaknya saling berlawanan (Afriastini, 2002). Daun kencur berbentuk bulat lebar, tumbuh mendatar diatas permukaan tanah, panjang daun 10-12 cm dengan lebar 8-10 cm berdaging agak tebal, mudah patah, berbentuk elips, melebar atau bundar (Backer, 1986).

Rimpangnya kokoh bercabang banyak, rapat seperti umbi, tidak berserat dan berdiameter sampai 1,5 cm, kulit rimpang berwarna coklat mengkilap, licin dan tipis sedangkan bagian dalam berwarna putih berair dengan aroma yang tajam (Afriastini, 2002). Pemampakan kencur dapat dilihat pada gambar 2.3.



Gambar 2.3. Rimpang Kencur (sumber: koleksi pribadi)

Secara Taksonomi *Kaempferia galangal L* dapat diklasifikasikan (Qudsi, 2014):

Kingdom	: Plantae
Divisio	: Magnoliophyta
Kelas	: Liliopsida
Ordo	: Zingiberales
Famili	: Zingiberaceae
Genus	: <i>Kaempferia</i>

Spesies : *Kaempferia galangal* L

2.1.4 Lengkuas (*Alpinia galanga* L. Willd)

Lengkuas tumbuh diseluruh Indonesia. Di Jawa tumbuh liar di hutan dan semak – belukar atau bisa ditanam di pekarangan. Tanaman ini tumbuh subur di daerah dataran rendah sampai ketinggian 1200 m di atas permukaan laut dengan curah hujan 1500 – 2400 mm. lengkuas mudah dibudidayakan tanpa perawatan khusus, cukup dengan memotong rimpang yang bertunas atau dengan pemisahan anakan (Dalimartha, 2009; Sinaga, 2005). Penampakan lengkuas dapat dilihat pada gambar 2.4.



Gambar 2.4. Rimpang lengkuas (sumber: tanamanobat.net)

Secara taksonomi lengkuas dapat di klasifikasikan sebagai berikut

(Tjitrosoepomo,1989):

Kingdom : Plantae
 Divisio : Spermatophyta
 Kelas : Dicotyledonae
 Ordo : Zingiberales
 Famili : Zingiberaceae
 Genus : *Alpinia*

Spesies : *Alpinia galangal*

2.1.5 Temu Kunci (*Boesenbergia rotunda*)

Temu kunci merupakan tanaman semak yang berumur tahunan. Saat tanaman tidak terlalu tinggi karena hanya sekitar 30-100 cm. Batangnya tersusun atas gabungan pelepah – pelepah daun. Warna batangnya hijau agak merah. Daunnya tidak terlalu banyak, yakni hanya sekitar 4-5 helai, berbentuk bulat meruncing ke ujung dan pangkal, warnanya hijau, dan tangkai daunnya beralur, lebar 4,5 - 10 cm, panjang 23-38 cm. Tulang daunnya besar, berlapis tipis tembus cahaya. Permukaan daun sebelah atas dan bawah bila diraba terasa licin tidak berbulu, meskipun ada juga bagian daun yang berbulu halus (Muhlisah, 1999). Penampakan temu kunci dilihat pada gambar 2.5



Gambar 2.5. Tanaman temu kunci (sumber: Tan Eng-Chong, dkk. *Boesenbergia Rotunda: From Ethnomedicine to Drug Discovery.*)

Secara taksonomi temu kunci (*Boesenbergia rotunda*) dapat di klasifikasikan sebagai berikut (Agung, 2013)

Kingdom : Plantae
 Divisio : Magnoliophyta
 Kelas : Liliopsida

Ordo	: Zingiberalis
Family	: Zingiberaceae
Genus	: Boesenbergia
Species	: Boesenbergia rotunda

2.2 Logam

2.2.1 Logam Timbal (Pb)

Timbal (Pb) merupakan salah satu jenis logam berat. Timbal memiliki titik lebur yang rendah, mudah dibentuk, memiliki sifat kimia yang aktif sehingga biasa digunakan untuk melapisi logam agar tidak timbul perkaratan. Timbal adalah logam yang lunak berwarna abu-abu keniruan mengkilat. Logam ini mempunyai nomor atom 82 dengan berat atom 207,20. Titik didih timbal adalah 1740°C dan memiliki massa jenis $11,34 \text{ g/cm}^3$ (Widowati, 2008).

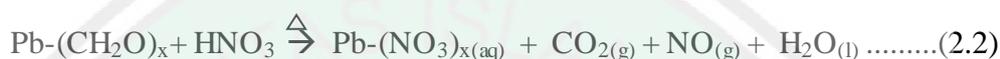
Timbal merupakan bahan kimia yang termasuk dalam kelompok logam berat. Logam ini merupakan bahan kimia golongan logam yang sama sekali tidak dibutuhkan oleh tubuh. Bila masuk ke dalam tubuh organisme hidup dalam jumlah yang berlebihan akan menimbulkan efek negatif terhadap fungsi fisiologi tubuh (Palar, 1994).

Timbal (Pb) dapat masuk ke dalam tubuh melalui pernapasan, makanan, dan minuman. Dalam tubuh timbal (Pb) terikat pada molekul protein dan hal ini menyebabkan hambatan pada aktivitas kerja sistem enzim. 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 (Setyawan, 2004).

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



Adapun reaksi antara logam timbal (Pb) dengan beberapa zat pengoksidasi, seperti reaksi logam timbal (Pb) dengan HNO_3 berikut ini (Wulandari dan Sukei, 2013):



Fungsi HNO_3 dalam reaksi tersebut sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO_3 , dan tidak menimbulkan endapan sehingga logam timbal (Pb) dapat teroksidasi oleh HNO_3 .

Pada beberapa penelitian memang menggunakan zat pengoksidasi campuran, seperti $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1). Fungsi penambahan HClO_4 sebagai oksidator, sehingga dapat memutuskan logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel (Wulandari dan Sukei, 2013).

Penambahan HClO_4 sebagai pembantu oksidator, karena sifat keasaman yang lebih tinggi dari HNO_3 membuat asam perklorat memiliki kemampuan yang mengoksidasi yang lebih baik, namun asam perklorat menghasilkan endapan klor. Reaksi antara asam perklorat dengan asam nitrat seperti dibawah ini (Kubota, 2001):



Selama proses destruksi terdapat gelembung-gelembung kecil berisi gas berwarna kecoklatan, gas ini adalah NO_2 (hasil samping destruksi menggunakan asam nitrat). Proses ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan Darko, dkk.,

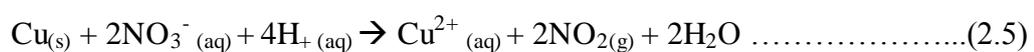
(2000), bahwa penggunaan HNO_3 sebagai agen pengoksidasi dapat menimbulkan gas berwarna kecoklatan selama pemanasan berlangsung. Adanya gas ini mengindikasikan bahwa bahan organik telah dioksidasi secara sempurna oleh asam nitrat.

Bahan organik seperti $\text{Pb}-(\text{CH}_2\text{O})_x$ didekomposisi (oksidasi) oleh asam nitrat menghasilkan $\text{CO}_{2(g)}$ dan $\text{NO}_{x(g)}$. Gas ini dapat meningkatkan tekanan didalam *refluks* ketika bahan organik didekomposisi. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, unsur yang diteliti terlepas dari ikatannya dengan bahan organik, kemudian diubah kedalam bentuk garamnya menjadi logam $(\text{NO}_3)_x$ yang mudah larut dalam air. Gas NO dihasilkan selama oksidasi bahan organik oleh asam nitrat, kemudian gas NO yang diuapkan dari larutan bereaksi dengan oksigen menghasilkan gas NO_2 , gas ini diserap kembali dilarutan. Kemudian, terjadi reaksi menyebabkan pembentukan NO_3 dan NO.

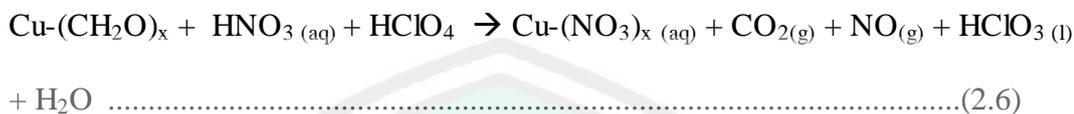
2.2.2 Logam Tembaga (Cu)

Tembaga merupakan unsur pada golongan I B periode 4 dalam tabel periode kimia. Tembaga mempunyai lambang Cu dengan nomor atom 29, massa atom relatif 63,546, titik lebur $1983,4\text{ }^\circ\text{C}$, dan titik didih $2567\text{ }^\circ\text{C}$. Unsur logam ini berbentuk kristal dengan warna kemerahan. Tembaga mempunyai potensial elektrode standar positif, tidak larut dalam asam klorida dan asam sulfat encer, meskipun dengan adanya oksigen bisa larut sedikit (Palar, 2004).

Asam nitrat yang kepekatannya sedang (8M) dengan mudah dapat melarutkan tembaga dengan reaksi sebagai berikut (Vogel, 1990):



Adapun reaksi yang terjadi antara asam nitrat dan asam perklorat dengan logam tembaga yang berikatan senyawa organik, sebagaimana berikut (Kartikasari, 2016):



Ada dua deret senyawa tembaga. Senyawa-senyawa tembaga (I) diturunkan dari tembaga (I) oksida Cu_2O yang merah, dan mengandung ion tembaga (I), Cu^+ . Senyawa-senyawa ini tak berwarna, kebanyakan garam tembaga (I) tidak larut dalam air, perilakunya mirip perilaku senyawa perak (I). Mereka mudah dioksidasi menjadi senyawa tembaga (II) yang dapat diturunkan dari tembaga (II) oksida, CuO , hitam. Garam-garam tembaga (II) umumnya berwarna biru, baik dalam bentuk hidrat, padat maupun dalam bentuk larutan air; warna ini benar-benar khas untuk ion tetraakuoprat (II) $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{O})_4]^{2-}$ saja. Batas terlihatnya warna ion kompleks tetraakuoprat (II) yaitu warna ion tembaga (II) dalam larutan air adalah $500 \mu\text{g}$ dalam batas konsentrasi 1 dalam 10^4 . (Vogel, 1979).

2.2.3 Sumber Cemaran Serta Toksisitas Logam Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu)

Penggunaan rempah sebagai salah satu bahan tambahan dalam makanan menciptakan cita rasa dan aroma tersendiri (Cristina, 2007). Menurut Astawan (2005) logam-logam berat tersebut bila masuk ke dalam tubuh lewat makanan akan terakumulasi secara terus-menerus dan dalam jangka waktu lama dapat mengakibatkan gangguan sistem syaraf, kelumpuhan, dan kematian dini serta penurunan tingkat kecerdasan anak-anak.

Tanaman rimpang dapat tercemar logam berat melalui media tanam atau tanah, pestisida, pupuk, dan udara. Meningkatnya penggunaan kendaraan

bermotor di kota besar juga merupakan salah satu penyumbang terbanyak logam berat timbal di udara. (Erdayanti, 2015). Penelitian oleh Marini (2005) menunjukkan bahwa tanaman teh yang di tanam dekat jalan raya memiliki kadar logam Pb yang jauh lebih tinggi dibandingkan teh yang di tanam jauh dari jalan. Sedangkan Hayati (2010) membuktikan jika pemberian pupuk organik dan anorganik berpengaruh nyata pada peningkatan kadar logam timbal pada sayur selada.

Menurut WHO (1977) dalam Naria (1999), untuk mengantisipasi akumulasi timbal (Pb) dalam tubuh, ditetapkan *Provisional Tolerable Weekly Intake* (PTWI) timbal (Pb) yaitu 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ BB untuk anak-anak, sedangkan untuk orang dewasa asupan harian timbal (Pb) yang ditetapkan adalah 200 - 300 μg per-hari. Bahan pangan yang dikonsumsi manusia juga mengandung timbal (Pb) secara alami.

Tabel 2.1 Empat Kategori Timbal (Pb) dalam Darah Orang Dewasa

Kategori	$\mu\text{g Pb}/100\text{ ml}$ Darah	Deskripsi
A (normal)	< 40	Tidak terkena paparan atau tingkat paparan normal.
B (Dapat ditoleransi)	40-80	Pertambahan penyerapan dari keadaan terpapar tetapi masih bisa ditoleransi.
C (Berlebih)	80-120	Kenaikan penyerapan dari 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)

Kadar maksimum timbal (Pb) yang masih dianggap aman dalam darah anak-anak sesuai dengan yang diperkenankan WHO dalam DepKes (2001) adalah 10 $\mu\text{g}/\text{dl}$ darah, sedangkan untuk orang dewasa adalah 10 – 25 $\mu\text{g}/\text{dl}$ darah. Tingkat

keparahan akibat timbal (Pb) pada orang dewasa digolongkan menjadi 4 kategori sesuai tabel diatas.

Tembaga merupakan mikroelemen esensial bagi tubuh. Oleh karena itu, tembaga harus selalu ada dalam makanan. Hal yang perlu diperhatikan adalah menjaga agar kadar tembaga di dalam tubuh tidak kekurangan dan juga tidak berlebihan. Kebutuhan tubuh terhadap tembaga sebesar 0,05 mg/Kg berat badan perhari. Pada kadar tersebut tidak terjadi akumulasi tembaga pada tubuh manusia normal (Ganiswara, 1995). Namun, jika kadar logam tembaga yang masuk ke dalam tubuh melebihi ambang batas toleransi maka dapat menyebabkan gejala - gejala akut. Keracunan tembaga dapat menyebabkan gangguan pencernaan seperti sakit perut, mual, muntah dan diare, serta gangguan sistem peredaran darah. Beberapa kasus yang parah dapat menyebabkan gagal ginjal dan kematian (Darmono, 1995).

Cemaran logam dalam rimpang yang diperbolehkan diatur dalam SNI (01-0785-2005). Adapun persyaratan khusus yang ditetapkan:

Tabel 2.2. Spesifikasi persyaratan khusus

NO	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Kadar timbal	mg/kg	negatif
2	Kadar arsen	mg/kg	negatif
3	Kadar tembaga	mg/kg	30
4	Kadar air, maks	%	10
5	Kadar abu, maks	%	8
6	Kadar ekstrak yang larut dalam air, min	%	14
7	Benda asing, maks	%	2
8	Kadar minyak atsiri, min	%	2
9	Kadar peptisida organoklorin, maks	mg/kg	0,1

Sumber : SNI 01-7085-2005

2.3 Destruksi Basah Tertutup

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida. Kesemua pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa-senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi merupakan senyawa garam yang stabil dan disimpan selama beberapa hari. Pada umumnya pelaksanaan kerja destruksi basah dilakukan secara metode Kjeldhal. Dalam usaha pengembangan metode telah dilakukan modifikasi dari peralatan yang digunakan (Raimon, 1993).

Penelitian Indrajati Kohar, dkk (2005) mengenai studi kandungan logam Pb dalam batang dan daun kangkung dengan metode destruksi basah menggunakan pengoksidasi HClO_4 dan HNO_3 . Metode destruksi basah dalam penelitian ini dilakukan dengan menggunakan 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. Kadar Pb diamati dengan ICP-MS pada panjang gelombang 283,3 nm.

Keuntungan destruksi basah adalah suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur (Muchtadi, 2009). Adapun reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Menurut Sumardi (1981), metode destruksi basah lebih baik dari pada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi seperti destruksi kering. Sedangkan destruksi basah dilakukan dengan pengabuan pada suhu rendah.

Analisa cemaran logam pada jahe yang di peroleh dari tempat penjualan yang berberbeda, dapat dilakukan dengan destruksi basah terbuka dengan menggunakan pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) (1:1) dengan pelarut tambahan asam klorida (HCl) dan asam sulfat (H_2SO_4) dengan data yang diperoleh positif mengandung cemaran logam besi (Fe), tembaga (Cu), seng (Zn), dan timbal (Pb) (Darko, 2014). Dari hasil penelitian Indrajati, dkk (2005) mengenai kandungan logam dalam batang dan daun kangkung dengan metode destruksi yang juga menggunakan pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 menunjukkan hasil % *recovery* $97,34 \pm 1,76\%$. Nilai ini masih berada pada rentang yang disyaratkan. Hasil % *recovery* tersebut dapat memperkuat kesimpulan bahwa destruksi menggunakan pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 memang mempunyai hasil yang baik.

Menurut Darmono (1995) metode analisis logam dalam makanan dengan menggunakan refluks dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu destruksi yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri air, sampel didestruksi menggunakan zat pengoksidasi dan dipanaskan pada temperatur 120°C . Analisis kandungan kadar logam pada rempah – rempah lokal Pakistan dengan menggunakan destruksi basah tertutup (*refluk*) pada pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) (2:1). Di Nigeria analisa cemaran logam

pada jahe juga dilakukan dengan destruksi refluks dengan pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) (4:1).

2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom adalah metode analisis unsur dalam suatu sampel secara kuantitatif yang bersifat sangat selektif dan akurat walaupun unsur yang diidentifikasi dalam jumlah yang sangat sedikit sekali. Cara analisis menggunakan SSA memberikan kadar total unsur logam dalam suatu sampel dan tidak tergantung pada bentuk molekul dari logam sampel tersebut (Gandjar dan Rohman, 2007). Selain itu, Analisis menggunakan SSA ini mempunyai keuntungan berupa analisisnya sangat peka, teliti dan cepat, pengerjaannya relative sederhana, serta tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam pelaksanaannya (Wahidin, 2010).

Analisis kadar logam tembaga menggunakan metode SSA dapat dilakukan pada berbagai jenis sampel, baik sampel organik maupun anorganik. Preparasi sampel juga dapat dilakukan dengan berbagai cara baik dengan destruksi basah, destruksi kering maupun secara microwave. Berikut merupakan beberapa penelitian yang dilakukan dengan menggunakan metode SSA:

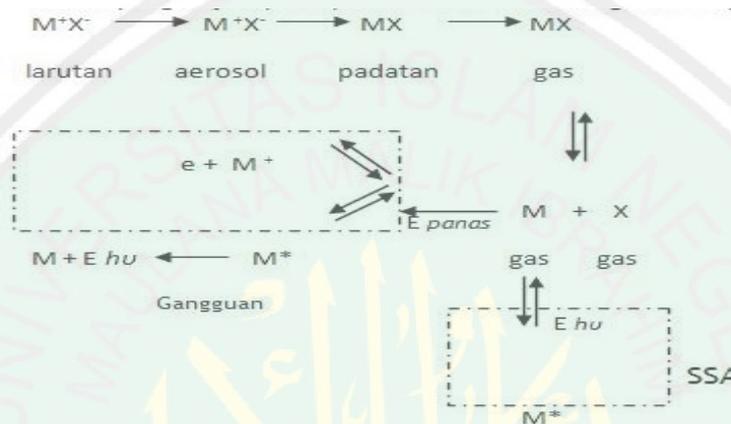
Sharma et al., (2014) melakukan analisis kadar logam Pb, Cd, Hg, As pada sepuluh macam rempah yang dijual di pasar lokal Mumbai India dianalisis secara SSA dan di dapat rentang kadar logam Pb 1,52 - 2,92 ppm, Cd 0,194 - 3,17 ppm, Hg 0,1 – 0,3 ppm dan As 0,92 ppm. Sama seperti Asantewah., dkk (2010) yang juga menganalisa kadar logam pada rempah – rempah di Ghana secara SSA, kadar logam logam Pb, Fe, Ni, dan Cu berturut – turut diperoleh 0,09 - 0,11 gr/kg, 0,05 – 0,07 gr/kg, 0,05 – 0,07 gr/kg, dan 0,009 – 0,02 gr/kg. Mutune et al., (2013)

melakukan penelitian kadar logam dalam sayur-sayuran di Nairobi, Kenya dengan instrument SSA. Hasil analisis menunjukkan kadar logam Zn, Cu dan Pb sebesar 15,6 – 120 mg/Kg; 0 - 19 mg/Kg dan 0 - 1,37 mg/Kg.

Analisis SSA didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi dari sumber nyala atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar (Wahidin, 2010). Pada setiap elektron pada kulit terluar akan mengalami eksitasi. Energi yang berasal dari lampu (sumber radiasi) menyebabkan atom mengalami eksitasi dari keadaan dasar dengan menyerap energi. Atom-atom keadaan dasar ini mampu menyerap energi cahaya pada panjang gelombang resonansi yang khas untuknya, 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 tembaga dan timbal menggunakan SSA sebesar 324,7 nm dan 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).

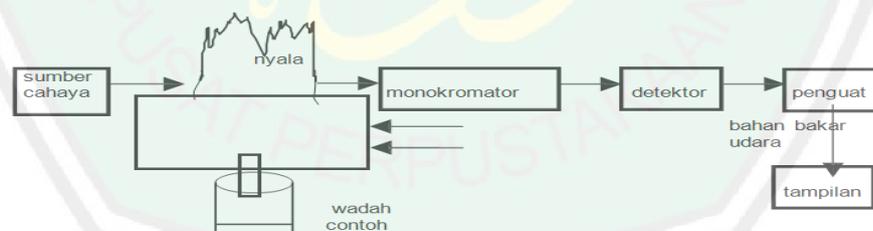
Pada SSA, sampel harus dijadikan larutan yang jernih, untuk diproses ketahap pengabutan (aerosol) yang kemudian dialirkan ke dalam nyala. Air ataupun pelarut dalam sampel diuapkan sehingga hanya menyisakan partikel garam kering. Pada suhu yang sangat tinggi garam yang kering diuapkan kembali hingga seluruh garam terpecah menjadi atom – atom bebas. Sebagian dari atom – atom bebas

bersatu dengan atom – atom radika atau atom lainnya. Uap atom logam tereksitasi oleh energi panas dari nyala. Keadaan atom yang tidak stabil membuat atom tersebut kembali keadaan asalnya dengan melepaskan energi yang sama seperti yang dia terima. Berikut adalah skema yang terjadinya proses atomisasi dan eksitasi pada SSA:



Gambar 2.6 Skema proses atomisasi dan eksitasi pada SSA

Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) terdiri dari rangkaian dalam diagram skematik berikut:



Gambar 2.7 Skema umum Komponen Spektroskopi Serapan Atom (Sumber: Anshori, 2005)

Kondisi optimum analisis logam dengan metode nyala spektroskopi serapan atom (SSA) dilakukan agar diperoleh populasi atom pada tingkat dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas untuk atom-atom tersebut dan kemudian

berubah ke keadaan eksitasi. Semakin atom pada keadaan dasar, maka radiasi-radiasi yang diserap akan makin banyak, pada kondisi optimum akan diperoleh serapan maksimal. Kondisi optimum parameter pada saat spektroskopi serapan atom (SSA) yang perlu mendapatkan perhatian adalah panjang gelombang, laju alir pembakar, laju alir oksidan, kuat arus lampu katoda cekung (*Hallow Catode Lamp*), lebar celah dan tinggi pembakar burner. Pada kondisi optimum perubahan serapan akibat perubahan konsentrasi akan lebih sensitif kondisi optimum peralatan spektroskopi serapan atom (SSA) (Rohman, 2007)

Tabel 2.3 Kondisi optimum peralatan SSA logam Cu dan Pb

Parameter	Satuan	Tembaga (Cu)	Timbal (Pb)
Panjang gelombang	Nanometer	324,7	217
Laju alir Asetilen	L/menit	2,50	2,0
Laju alir udara	L/menit	13,5	10,0
Kuat arus HCL	μA	10,0	10,0
Lebar celah	Nanometer	0,5	0,7
Tinggi burner	Nanometer	13,0	2,0

Sumber : Rohman (2007)

Pemilihan besarnya kuat arus yang digunakan untuk analisis harus optimal. Jika kuat arus yang digunakan terlalu rendah akan menyebabkan intensitas lampu menjadi terlalu rendah sehingga sinar yang dihasilkan juga rendah. Optimasi tinggi pembakar digunakan untuk mendapatkan populasi atom yang terbanyak sehingga pembakaran dapat tepat pada lintasan energinya. Pemilihan tinggi pembakar berkaitan dengan letak pembakaran sampel yang optimal di burner. Posisi pembakaran yang tepat akan menentukan sempurnanya pembakaran yang terjadi pada proses atomisasi sehingga pada proses atomisasi. Jika proses atomisasi ini berlangsung maksimal, maka akan dihasilkan atom bebas dalam jumlah yang banyak sehingga pembacaan oleh detektor semakin optimal.

Laju alir udara dan asetilen yang optimal adalah 10,0 L/menit dan 2,0 L/menit. Pada optimasi ini, udara digunakan sebagai bahan pengoksidasi sedangkan asetilen digunakan sebagai bahan pembakar. Udara asetilen ini berfungsi untuk membawa sampel ke dalam sistem pengabutan (nebulizer) yang mengubah sampel menjadi uap (aerosol) yang siap masuk ke dalam nyala api untuk atomisasi. Optimasi laju alir gas pembakar dan oksidan berpengaruh pada suhu pengatoman. Jika gas pembakar kurang, maka energi untuk pengatoman tidak maksimal sehingga pengatoman kurang sempurna. Jika gas pembakar berlebih maka atom akan tereksitasi menjadi spesies bukan atom (M^* atau M^+). Pemilihan lebar celah yang digunakan dalam SSA bertujuan untuk mengoptimalkan *signal to noise ratio*.

Metode spektroskopi serapan atom memiliki beberapa kekurangan diantaranya ada beberapa unsur yang tidak menghasilkan uap atom pada keadaan dasar saat mencapai nyala seperti tidak terdisosiasi. Beberapa nyala lebih cepat untuk beberapa unsur tertentu, maka dengan bertambahnya analit yang akan ditentukan juga akan dilakukan penukaran terhadap sumber sinar gas pembakar dan diperlukan lampu katoda yang mahal untuk setiap unsur (Sastrohamidjodjo, 1991).

2.5 Uji One Way Annova

Analisis varians (*analysis of variance*) atau ANOVA adalah metode analisis statistika yang termasuk ke dalam cabang statistika inferensi. Uji dalam anova (*analysis of variance*) 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 Anova (*analysis of variance*).

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

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.

Penelitian yang dilakukan oleh Hidayat (2015) menunjukkan adanya hubungan antara variasi komposisi zat pendestruksi dan metode destruksi dengan kadar logam Pb dalam sampel produk coklat. Teknik analisis yang digunakan oleh sofyon melalui uji *One Way Analysis of Variance* (Anova), dimana hasil yang didapatkan dari penelitian ini menunjukkan bahwa komposisi zat pendestruksi dan metode destruksi berpengaruh terhadap kadar logam Pb yang dihasilkan.

Masyhabi (2015) melakukan penelitian mengenai kadar logam Cu pada produk coklat dengan variable pengukuran yang digunakan adalah variasi komposisi zat pendestruksi dan metode destruksi. Alat analisis yang digunakan adalah analisis korelasi dan *one-way ANOVA*. Hasil analisisnya menunjukkan bahwa variasi komposisi zat pendestruksi dan metode destruksi berpengaruh nyata terhadap kadar logam Cu yang diperoleh.

2.6 Makanan dalam Perspektif Islam

Makanan merupakan kebutuhan pokok manusia yang harus terpenuhi untuk menjamin keberlangsungan hidup. Dalam surat Al – Jatsiyah 45:13 Allah berfirman:

وَسَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمَوَاتِ وَمَا فِي الْأَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُ إِنَّ فِي ذَلِكَ لَآيَاتٍ لِّقَوْمٍ يَتَفَكَّرُونَ



Artinya: “ Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar – benar terdapat tanda – tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir.”

Dalam ayat tersebut Allah menjanjikan segala nikmat yang ada di langit dan di bumi sebagai rahmat bagi manusia. Allah SWT menunjukkan kuasaNya dengan menundukkan seluruh benda yang di langit dan di bumi. Di bumi Allah sediakan tanah yang subur, air yang berlimpah, dan udara yang tidak akan habis sebagai nikmat untuk manusia. Nikmat – nikmat tersebut merupakan tanda – tanda kekuasaan Allah bagi orang – orang yang berfikir. Dalam surah Al Baqarah 172, Allah SWT memerintahkan kepada manusia untuk memilih makanan yang baik dari apa yang telah Allah beri sebagai bukti kepatuhan kita kepada-Nya.

يَتَأْتِيهَا الَّذِينَ ءَامَنُوا كُلُوا مِن طَيِّبَاتِ مَا رَزَقْنَاكُمْ وَاشْكُرُوا لِلَّهِ إِن كُنتُمْ إِيَّاهُ

تَعْبُدُونَ ﴿١٧٢﴾

Artinya: Hai orang-orang yang beriman, makanlah di antara rezki yang baik-baik yang Kami berikan kepadamu dan bersyukurlah kepada Allah, jika benar-benar kepada-Nya kamu menyembah.

Allah SWT memerintahkan untuk mengkonsumsi yang baik-baik dari rezeki yang diberikan kepada mereka dan bersyukur kepada Allah SWT atas

kenikmatan yang tercurahkan dengan cara mempergunakannya dalam ketaatan kepada Allah SWT.

Umumnya keterangan tentang penghalalan dari Allah SWT ini, yaitu sesuatu yang dapat dinikmati oleh manusia dari apa-apa yang baik dan sesuai dengan fitrah manusia. Sedangkan keterangan dari *thayyib*, yaitu sesuatu yang dapat dinikmati manusia dengan melihat kondisi atau keadaan manusia tersebut. Sehingga suatu hal yang baik pada suatu individu, tidak akan sama dengan individu lainnya.

Al Quran menjelaskan tentang kriteria makanan halal dan baik sebagaimana telah disyari'atkan dalam QS. Al Maidah ayat ke 4:

يَسْأَلُونَكَ مَاذَا أُحِلَّ لَهُمْ ۖ قُلْ أُحِلَّ لَكُمْ الطَّيِّبَاتُ ۚ وَمَا عَلَّمْتُم مِّنَ الْجَوَارِحِ مُكَلِّبِينَ تُعَلِّمُونَهُنَّ مِمَّا عَلَّمَكُمُ اللَّهُ ۖ فَكُلُوا مِمَّا أَمْسَكْنَ عَلَيْكُمْ وَاذْكُرُوا اسْمَ اللَّهِ عَلَيْهِ ۖ وَاتَّقُوا اللَّهَ ۚ إِنَّ اللَّهَ سَرِيعُ الْحِسَابِ

Artinya: “ mereka menanyakan kepadamu: "Apakah yang Dihalalkan bagi mereka?". Katakanlah: "Dihalalkan bagimu yang baik-baik dan (buruan yang ditangkap) oleh binatang buas yang telah kamu ajar dengan melatih nya untuk berburu; kamu mengajarnya menurut apa yang telah diajarkan Allah kepadamu. Maka makanlah dari apa yang ditangkapnya untukmu dan sebutlah nama Allah atas binatang buas itu (waktu melepaskannya). dan bertakwalah kepada Allah, Sesungguhnya Allah Amat cepat hisab-Nya”.

Dari ayat tersebut jelas perintah Allah agar manusia mengkonsumsi makanan yang telah Allah tetapkan. 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 – lebih. 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.



BAB III

METODOLOGI

3.1 Pelaksanaan Penelitian

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

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang dilaksanakan adalah *experimental laboratory*, yakni analisis tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam tanaman rimpang – rimpangan menggunakan metode destruksi tertutup (refluks) dengan zat pengoksidasi HNO₃ dan HClO₄ secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) pada jenis – jenis tanaman rimpang seperti jahe, kunyit, kencur, lengkuas dan temukunci.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain neraca analitik, vessel, pipet tetes, labu ukur 50 mL, labu ukur 100 mL, botol aquades, seperangkat mikropipet, beaker glass 100 mL, corong gelas, cawan porselen, mortal dan alu, pengaduk, gelas arloji, sendok takar, gelas ukur 100 mL, wadah botol gelas dan tutup plastik, pipet tetes, botol kaca bertutup plastik, *hot plate*, lemari asap, oven dan seperangkat instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci di pasar tradisional kota Malang, asam nitrat (HNO_3), asam perklorat (HClO_4), standar timbal (Pb) Nitrat merek E-Merck, standar tembaga (Cu) Nitrat merek E-Merck, kertas saring Whatman 42, aquades dan aquabides.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut :

1. Pemilihan dan preparasi sampel campuran
2. Pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
3. Pembuatan kurva standar timbal (Pb)
4. Pembuatan kurva standar tembaga (Cu)
5. Penentuan oksidator terbaik pada logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam sampel tanaman rimpang.
6. Penentuan kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam sampel jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci.
7. Menganalisa data (validasi data) yang telah diperoleh

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini sampel yang digunakan adalah jenis rempah dari tanaman rimpang yang terdiri dari jahe, kunyit, kencur, lengkuas dan temukunci yang dibeli di tiga pasar tradisional yang berbeda di kota Malang. Kemudian sampel di kelompokkan berdasarkan jenisnya. Selanjutnya dari tiap – tiap kelompok ditimbang sebanyak 250 gram lalu dipotong, kemudian dikeringkan

menggunakan oven dengan suhu 100 °C selama 18 jam. Pengeringan dilakukan sampai kadar air maksimal menjadi 12%. Sampel kering selanjutnya disimpan dalam wadah kedap udara. Masing-masing sampel diambil sebanyak 10 gr dan ditumbuk hingga halus dengan mortal. Hasil sampel ini digunakan untuk analisis.

3.5.2 Analisis Kadar Air (AOAC, 1984)

Analisis kadar air dilakukan dengan metode *thermografi* atau pemanasan. Cawan porselen dipanaskan terlebih dahulu dalam oven pada suhu 100-105°C sekitar 15 menit untuk menghilangkan kadar airnya. Cawan disimpan dalam desikator sekitar 10 menit dan ditimbang, kemudian dilakukan perlakuan yang sama sampai diperoleh berat cawan yang konstan. Sampel rimpang kering sebanyak 10 gram dimasukkan ke dalam cawan yang sudah diketahui berat konstannya kemudian dikeringkan ke dalam oven pada suhu 100-105°C sekitar 15 menit untuk menghilangkan kadar airnya, Setelah itu sampel disimpan dalam desikator sekitar 10 menit dan ditimbang. :

$$\text{Kadar air} = \frac{(b-c)}{(b-a)} \times 100\%$$

Dimana : a = berat konstan cawan kosong

b = berat cawan + sampel sebelum dikeringkan

c = berat konstan cawan + sampel setelah dikeringkan

3.5.3 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Logam Pb dan Cu

Sederetan larutan standar timbal (Pb) dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Varian Spektra AA 240 pada kondisi sebagai berikut: alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 meliputi panjang gelombang pada 217 nm, laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju alir udara pada

10,0 L/menit, lebar celah pada 1,0 nm, kuat arus HCl 10,0 μ A, tinggi burner 2,0 mm (Khopkar, 1990).

Kemudian sederetan larutan standar tembaga (Cu) dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) varian Spektra AA 240 pada kondisi sebagai berikut: alat spektroskopi serapan atom varian spektra AA 240 meliputi panjang gelombang pada 324,7 nm, laju alir asetilen pada 2,50 L/menit, laju alir udara pada 13,5 L/menit, lebar celah pada 0,5 nm, Kuat arus HCl 10,0 μ A, tinggi burner 13,0 mm (Khopkar, 1990).

Setelah dilakukan pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) maka dilakukan pembuatan kurva standar Pb dan Cu yang selanjutnya dilakukan penentuan perhitungan kadar logam sebenarnya.

3.5.4 Pembuatan Larutan Standar Pb dan Cu

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

Larutan tembaga (Cu) 10 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku 1000 mg/L kedalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Larutan standar tembaga (Cu) 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L; dan 0,8 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 mL; 2 mL; 3 mL; dan 4 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

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

3.5.5 Penentuan Komposisi Zat Pendestruksi Terbaik Untuk Sampel Rimpang

Mula – mula diambil sampel dan dihancurkan dengan menggunakan mortal. Kemudian ditimbang 1 gram dengan neraca analitik untuk direfluks. Sampel sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL yang dilengkapi kondensor air. Ditambahkan 15 ml campuran HNO₃ 65% p.a dan HClO₄. Kemudian dipanaskan sekitar 100°C, hingga didapatkan larutan jernih. 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 Spektroskopi Serapan Atom (SSA) (Umar dan Salihu, 2014; Mubeen, dkk., 2009).

Tabel 3.1 Perlakuan terhadap sampel

Variasi Komposisi HNO ₃ : HClO ₄	Kadar Logam Tembaga			Kadar Logam Timbal		
	1	2	3	1	2	3
2:1						
4:1						

- Dari masing-masing metode destruksi dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulangan

Data tersebut kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji variasi *One Way Anova* untuk mengetahui konsistensi kadar logam yang Pb dan Cu yang diperoleh dari pembacaan instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

3.5.6 Penentuan Kadar Logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) Dalam Sampel Menggunakan Kurva Standar

Pada penelitian ini diambil masing sebanyak 1 gr sampel tanaman rimpang (jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci). Kemudian dilakukan analisis dengan menggunakan komposisi larutan oksidator terbaik yang telah diperoleh. Dilakukan uji kadar tembaga (Cu) dan kadar timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali ulangan.

Tabel 3.2 Hasil analisis kadar logam tembaga (Cu) dan Timbal (Pb)

Jenis Rimpang	Kadar Logam Tembaga			Kadar Logam Timbal		
	1	2	3	1	2	3
Jahe						
Kunyit						
Kencur						
Lengkuas						
Temukunci						

3.5.7 Validasi Metode

Data yang diperoleh dari hasil penelitian ini adalah kadar logam tembaga dan timbal dalam sampel rimpang. Data yang dihasilkan diuji dengan metode statistik yaitu uji one way anova dengan tingkat signifikan 5 % untuk mengetahui perlakuan yang berpengaruh atau berbeda nyata di antara perlakuan yang lain

3.5.8 Analisis Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah konsentrasi logam Pb dan Cu sebenarnya. Data pembuatan kurva standar memiliki hubungan antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) maka nilai yang dapat diketahui adalah nilai *solpe* dan *intersep*. Kemudian nilai konsentrasi sampel dapat diketahui dengan memasukkan ke dalam persamaan regresi linier dengan menggunakan hukum Lambert Beer.

3.5.8.1 Penentuan Linearitas

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

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

Keterangan :

y = Absorbansi Sampel

x = Konsentrasi Sampel

Dimana $b = slope$ atau kemiringan kurva standar dan $a = intersep$ atau perpotongan terhadap sumbu y .

3.5.8.2 Penentuan Konsentrasi Logam Pb dan Cu Sebenarnya

Nilai absorbansi yang didapatkan dari hasil pengukuran diinterpretasikan dalam persamaan kurva standar dengan y adalah nilai absorbansi, b adalah slope, dan a adalah intersep. Nilai x yang didapatkan dimasukkan dalam persamaan berikut (Skoog, 1985):

$$\text{Konsentrasi logam sebenarnya (mg/Kg)} = \frac{bxV}{W} \dots\dots\dots(3.2)$$

Keterangan :

b = Kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

V = Volume larutan (L)

W = Berat contoh (Kg)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini yang berjudul penentuan kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam tanaman rimpang dengan metode destruksi basah secara spektroskopi serapan atom (SSA) dilakukan dalam beberapa tahapan penelitian seperti pemilihan dan preparasi sampel campuran, pembuatan kurva standart tembaga (Cu) dan timbal (Pb), penentuan pengoksidator terbaik pada logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb), penentuan kadar tembaga (Cu) dan timbal (Pb) pada lima sampel rimpang dengan pengoksidator terbaik secara Spektroskopi serapan atom (SSA) dan validasi data.

4.1 Pengambilan Sampel

Pemilihan metode pengambilan sampel merupakan salah satu tahapan yang penting dalam sebuah penelitian. Metode tersebut akan mempengaruhi validasi data dan kebenaran kesimpulan yang diambil. Dalam penelitian ini, teknik pengambilan sampel dilakukan secara acak. Sampel yang dipilih diharapkan mampu mewakili populasi yang akan diamati. Proses pengambilan sampel dilakukan dengan memberi kesempatan yang sama pada setiap anggota populasi untuk menjadi anggota sampel. Dengan cara random, bias pemilihan sampel dapat diperkecil untuk mendapatkan sampel yang representatif.

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari lima jenis tanaman rimpang yang dibeli dari tiga pasar tradisional yang berbeda di kota Malang. Jenis rimpang yang dipilih adalah jahe, kunyit, kencur, temukunci dan

lengkuas. Kelima jenis rimpang tersebut dikeringkan pada suhu 100 °C selama 18 jam untuk mengurangi kadar airnya. Pengeringan juga bertujuan untuk memperpanjang masa simpan sampel sehingga sampel tidak akan berjamur ataupun rusak, kemudian setiap sampel disimpan dalam wadah kedap udara. Dari hasil pengeringan diperoleh kadar air pada setiap rimpang sebagai berikut:

Tabel 4.1 Kadar Air Pada Lima Jenis Tanaman Rimpang

No	Jenis Rimpang	Kadar air setelah pengeringan (%)
1	Jahe	10%
2	Kunyit	3%
3	Kencur	4%
4	Lengkuas	11%
5	Temukunci	7%

Sampel rimpang kering dihomogenkan terlebih dahulu dengan cara diambil 2 gram setiap jenis sampel kemudian dihaluskan secara bersama-sama menggunakan mortal. Perlakuan tersebut bertujuan menghomogenkan sampel sekaligus memperbesar luas permukaan sampel.

Sampel campuran rimpang yang telah dipreparasi tersebut akan digunakan untuk mengetahui zat pengoksidasi terbaik dengan destruksi basah *refluks* terhadap kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam sampel. Hasil pengoksidasi terbaik tersebut akan diterapkan pada analisa lima jenis sampel rimpang dengan menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA).

4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Metode SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya. Logam tembaga (Cu) menyerap pada panjang gelombang 324,7 nm dan

logam timbal (Pb) menyerap pada panjang gelombang 217 nm. Cahaya pada masing – masing panjang gelombang tersebut mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat energi elektron dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Keberhasilan analisis ini tergantung pada proses eksitasi dan cara memperoleh garis resonansi yang tepat. Energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi elektron sebesar $7,0134 \cdot 10^{-8}$ Joule (Fahmi, 2014).

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

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

Tabel 4.2 parameter pengukuran logam Cu dan Pb secara SSA

Parameter	Kondisi Optimum	
	Tembaga (Cu)	Timbal (Pb)
Panjang gelombang	324,7 nm	217 nm
Lebar celah	0,5 nm	1,0 nm
Kuat arus lampu katoda	10,0 μ A	10,0 μ A
Laju alir udara	10,0 L/menit	10,0 L/menit
Laju alir asetilen	2,0 L/menit	2,0 L/menit
Tinggi <i>burner</i>	2,0 mm	2,0 mm

Optimasi tinggi pembakar digunakan untuk mendapatkan populasi atom yang terbanyak sehingga pembakaran dapat tepat pada lintasan energinya. Sedangkan optimasi laju alir gas pembakar dan oksidan berpengaruh pada suhu pengatoman. Jika gas pembakar kurang, maka energi untuk pengatoman kurang sempurna. Jika gas pembakar berlebih maka atom akan terkesitasi menjadi spesies bukan atom (M^* atau M^+).

4.3 Pembuatan Kurva Standar

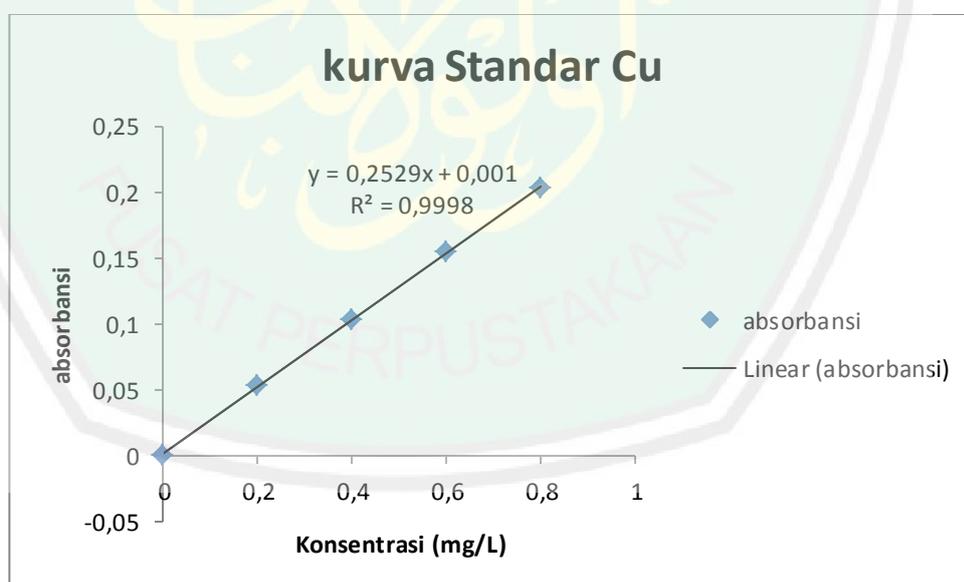
Kurva standar merupakan bagian terpenting dalam melakukan pengujian kadar suatu unsur dalam analisis kimia. Dalam pembuatan kurva standar, kurva yang diinginkan merupakan kurva yang berbentuk linier, hal ini merupakan syarat agar hasil analisis lebih akurat. Kurva standar dibuat berdasarkan hukum Lambert – Beer dengan persamaan regresi linier yaitu $y = ax + b$, dimana y adalah absorbansi yang digunakan sebagai absis. Oleh karena itu konstanta yang harga perkaliannya ditentukan oleh Slope adalah nilai untuk a dan b . Perbandingan kurva absorbansi dengan larutan standart akan memperoleh kurva garis lurus.

Dalam pengujian menggunakan SSA kurva kalibrasi standar sangat penting karena merupakan jantung analisis kuantitatif. Jika kurva standar diperoleh kurang linier maka pembuatan kurva standar harus diulangi untuk memperoleh data hasil uji yang akurat. Larutan standar yang dibuat akan dikatakan baik jika ditinjau dari faktor korelasi antara sumbu y (absorbansi) dengan sumbu x (konsentrasi). Kurva kalibrasi larutan standar diperoleh dari hasil pengukuran serapan larutan standar pada kondisi optimum analisis dengan SSA.

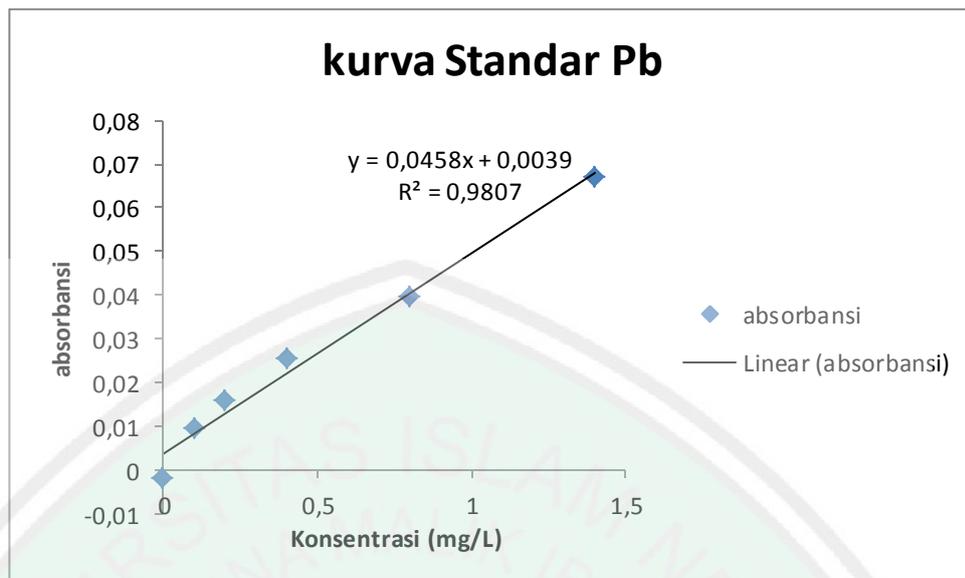
Pembuatan kurva kalibrasi diawali dengan pembuatan larutan standar tembaga dan timbal. Pembuatan larutan standar tembaga, dilakukan pengenceran

dari larutan induk tembaga (Cu) 1000 mg/L dengan teliti dan hati-hati. Selanjutnya, pembuatan kurva kalibrasi logam tembaga (Cu) dibuat dengan mengukur absorbansi larutan standar logam tembaga dengan konsentrasi 0; 0,2; 0,4; 0,6 dan 0,8 mg/L yang diukur pada panjang gelombang 324,7 nm. Untuk pembuatan larutan standar timbal dilakukan pengenceran dari larutan induk timbal (Pb) 1000 mg/L. Selanjutnya, pembuatan kurva kalibrasi logam timbal (Pb) dibuat dengan mengukur absorbansi larutan standar logam tembaga dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,4; 0,8 dan 1 mg/L yang diukur pada panjang gelombang 217 nm.

Dari data yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi larutan standar (x) terhadap absorbansinya (y), sehingga dapat ditentukan persamaan garis regresi liniernya. Kurva kalibrasi logam tembaga dan timbal ditunjukkan pada gambar di bawah ini:



Gambar 4.1 Grafik Kurva Kalibrasi Tembaga



Gambar 4.2 Grafik Kurva kalibrasi timbal

Keabsahan kurva kalibrasi yang dihasilkan dapat diuji dengan menentukan harga koefisien korelasi (R^2) yang menyatakan ukuran kesempurnaan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan absorbansinya. Korelasi dikatakan sempurna jika nilai R^2 mendekati nilai +1 (Rahmawati, 2015). Berdasarkan pada grafik linieritas yang didapatkan, nilai R^2 untuk logam Cu sebesar 0,9998 dan Pb sebesar 0,996, nilai keduanya mendekati 1,0. Artinya nilai koefisien korelasi layak artinya titik-titik pada kurva kalibrasi mendekati garis lerengnya. Oleh karena itu, nilai korelasi kurva standar yang dibuat untuk mengukur kadar logam tembaga dan timbal dalam sampel dengan SSA layak digunakan.

4.4 Preparasi Sampel

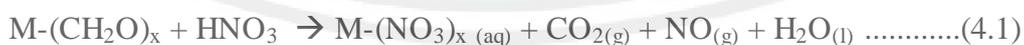
Preparasi sampel merupakan tahapan yang paling penting dalam analisa kadar logam. Preparasi sampel dimulai dengan mengambil sampel. Lima jenis rimpang yang telah dikeringkan diambil masing – masing 2 gram, kemudian dilakukan penumbukan dengan mortal sampel halus. Sampel rimpang dalam bentuk padatan digerus bertujuan untuk mempercepat proses destruksi. Sampel

diubah dalam bentuk serbuk sebab bentuk ini memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan bentuk padatan sehingga zat pengoksidasi akan lebih mudah mengabsorpsi sampel. Oleh karena itu, destruksi akan terjadi lebih cepat. Proses destruksi bertujuan untuk menghilangkan, merombak dan memutuskan ikatan - ikatan senyawa organik yang terdapat dalam sampel sehingga yang tertinggal hanya senyawa garamnya saja. Setelah semua sampel halus dan homogen kemudian diambil sebanyak 1 gram untuk dilakukan proses destruksi dengan penambahan zat pengoksidasi berupa $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (2:1) dan $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (4:1). Penambahan zat pengoksidasi dengan variasi berbeda ini bertujuan untuk mengetahui zat pengoksidasi terbaik untuk sampel rimpang dengan 2 jenis logam yang berbeda sehingga diperoleh kadar logam yang terukur secara maksimal.

Sampel rimpang yang telah dipersiapkan, kemudian dipreparasi dengan destruksi basah. Destruksi bertujuan untuk menguraikan senyawa-senyawa organik yang terdapat dalam rimpang. Pada umumnya, destruksi basah adalah salah satu metode yang digunakan untuk merombak atau memecah senyawa menjadi unsur-unsurnya yaitu dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam anorganik dengan bantuan zat oksidator sehingga akhirnya sampel dapat dianalisis. Metode destruksi basah dilakukan juga dengan bantuan panas yang bertujuan untuk mempercepat proses oksidasi atau perombakan senyawa-senyawa organik. Selain itu, metode ini digunakan karena pengerjaannya lebih sederhana, oksidasi terjadi secara kontinyu dan cepat serta unsur-unsur yang diperoleh mudah larut sehingga dapat ditentukan dengan metode analisa tertentu.

Proses destruksi dilakukan dengan penambahan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (10 ml : 5 ml) dan $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (12 ml : 3 ml). Selanjutnya sampel didestruksi dengan jenis destruksi *refluks*. Proses destruksi dilakukan dengan bantuan pemanasan menggunakan *water bath* dengan suhu 100 °C. Pemanasan bertujuan untuk menyempurnakan proses destruksi dan mempercepat proses pemutusan katan senyawa kompleks antara logam dengan senyawa organik. Pemanasan memberikan energi yang memungkinkan untuk memutus ikatan kimia sehingga logam terbebas dari sampel yang banyak disusun oleh senyawaan golongan polimer.

Penggunaan variasi zat pengoksidasi bertujuan untuk memperoleh kadar logam maksimal dalam proses destruksi. Asam nitrat merupakan asam yang paling utama dan sering digunakan dalam proses destruksi. Dalam keadaan panas, asam nitrat akan mengoksidasi logam, sehingga logam dapat larut dalam sempurna dalam asam nitrat. Proses terjadinya oksidasi ketika terbentuk gas warna hitam kecokelatan dari larutan sampel. Pada proses destruksi logam diubah menjadi bentuk garamnya yaitu $\text{M}-(\text{NO})_x$ yang mudah larut dalam air. Berikut adalah reaksi yang terjadi antara sampel dengan HNO_3 (Wulandari dan Sukei, 2013):



Penguraian bahan organik oleh asam nitrat akan menghasilkan gas CO_2 yang ditandai dengan terbentuknya gelembung-gelembung gas selama proses pemanasan. Selain itu, hasil perombakan bahan organik juga menghasilkan gas NO_x . Gas NO yang dihasilkan pada proses destruksi dapat menghasilkan gas NO_2 yang berwarna merah kecoklatan, yang merupakan hasil reaksi dari oksigen.

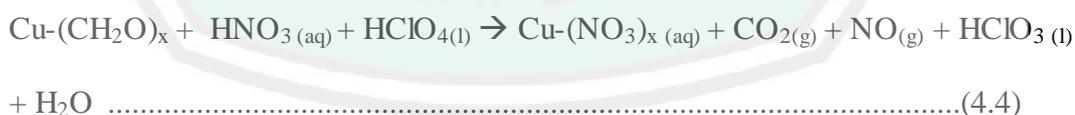
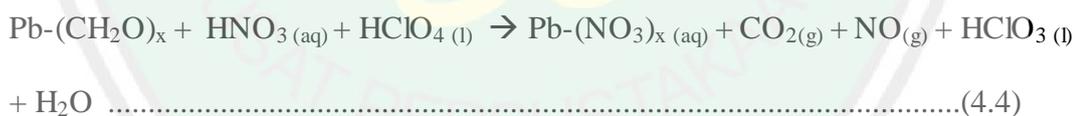
Berikut adalah reaksi pembentukan gas NO_2 dari oksigen (Wulandari dan Sukei, 2013):



Terbentuknya gas NO_2 yang berwarna cokelat kemerahan mengindikasikan terjadinya pemutusan ikatan logam dengan bahan organik. Secara umum proses destruksi logam oleh asam nitrat dapat digambarkan dengan reaksi:



Penambahan HClO_4 sebagai campuran asam bertindak sebagai oksidator yang kuat untuk membantu HNO_3 mendekomposisi matriks organik dalam sampel. Penambahan HClO_4 dilakukan setelah HNO_3 langsung sebelum pemanasan. Hal tersebut untuk meminimalisir kemungkinan ledakan yang terjadi karena sifat dari kedua asam yang eksplosif. Selain itu HClO_4 juga berfungsi sebagai penjernih. Adapun reaksi yang terjadi pada penambahan HClO_4 adalah sebagai berikut (Kartikasari, 2016):



Pada HClO_4 akan mengalami reduksi menjadi HClO_3 yang ditandai dengan perubahan bilangan oksidasi +7 menjadi +5 sehingga bersifat oksidator. Kemudian pada HNO_3 mengalami reduksi menjadi NO yang ditandai dengan perubahan bilangan oksidasi +5 menjadi +4 sehingga bersifat oksidator. Sedangkan logam akan mengalami oksidasi yang ditandai perubahan bilangan

oksidasi 0 menjadi +2. Kelarutan perklorat umumnya larut dalam air. Kalium perklorat adalah salah satu dari yang paling sedikit larut dan natrium perklorat adalah salah satu dari yang paling banyak larut (Vogel, 1990)

Kekuatan asam akan meningkat sejalan dengan meningkatnya elektronegativitas dari atom pusat yang dimiliki oleh asam perklorat ini, sehingga dengan adanya pengaruh dari elektronegativitas dapat mempengaruhi kekuatan asam. Penggunaan dua jenis asam kuat berupa HNO_3 dan HClO_4 sebagai zat pengoksidasi akan meningkatkan kekuatan asam, sehingga proses destruksi berlangsung maksimal. Hal ini dapat dilihat dari perubahan derajat keasaman campuran HNO_3 dan HClO_4 . Penggunaan kombinasi asam akan lebih menguntungkan jika dibandingkan dengan asam tunggal karena kombinasi asam akan memberikan kekuatan asam yang lebih baik, khususnya untuk melarutkan logam – logam yang terdapat dalam sampel organik dan mendegradasi sampel organik.

Proses destruksi dilakukan sampai terbentuk larutan yang jernih dan tidak menghasilkan endapan. Setelah proses destruksi selesai, sampel disaring dengan kertas saring *whatman 42* untuk mendapatkan larutan yang bebas dari pengotor, selanjutnya sampel diencerkan menggunakan HNO_3 0,5 M. Pengenceran dengan konsentrasi ini dilakukan untuk menyamakan konsentrasi larutan sampel dengan larutan standar sehingga didapatkan kondisi yang ideal untuk analisis (Rohman, 2007). Kemudian dilanjutkan dengan analisis menggunakan Spektroskopi serapan atom (SSA) dengan metode kurva standart yang dapat digunakan kembali untuk menganalisis sampel selanjutnya (*recall*), sehingga dapat dibandingkan hasil

pembacaan suatu kurva terhadap variasi oksidator tersebut dengan ditinjau dari kestabilan data hasil destruksinya.

4.5 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Logam Tembaga (Cu) Dan Timbal (Pb) Dalam Tanaman Rimpang

Keberhasilan suatu analisis menggunakan SSA tergantung pada pemilihan metode dekomposisi yang tepat. Analisis secara SSA pada umumnya mengharuskan sampel berada dalam bentuk larutan sehingga senyawa-senyawa yang ada dalam sampel perlu dirombak melalui destruksi. Ada beberapa pertimbangan yang perlu diperhatikan untuk memilih metode dekomposisi yang tepat yaitu jenis dan ukuran sampel serta unsur-unsur yang akan dianalisis. Oleh karena itu, destruksi basah pada sampel rimpang dilakukan dengan menggunakan berbagai variasi zat pengoksidasi. Dengan demikian, akan diperoleh jenis zat pengoksidasi terbaik untuk sampel rimpang sehingga diharapkan perolehan kadar logam terukur dapat semaksimal mungkin.

Berdasarkan pada informasi yang diperoleh maka pemilihan jenis zat pengoksidasi merupakan hal penting yang harus dipertimbangkan dalam menganalisis kadar logam. Jika pemilihan jenis zat pengoksidasi tidak sesuai dengan jenis sampel maupun dengan jenis logam yang dianalisis, maka hasil analisis bisa kurang memuaskan.

Penentuan zat pengoksidasi terbaik dilakukan dengan mencampurkan masing-masing sampel tanaman rimpang, dimana kelima jenis sampel tersebut, lalu dihaluskan dengan mortar sampai homogen. Dilanjutkan dengan proses destruksi yang dilakukan dengan menambahkan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (10 ml : 5 ml) dan $\text{HNO}_3:\text{HClO}_4$ (12 ml : 3 ml). Selanjutnya sampel didestruksi dengan jenis destruksi *refluks*. Proses destruksi dilakukan dengan bantuan

pemanasan menggunakan *water bath* dengan suhu 100 °C sampai larutan berwarna jernih. Larutan hasil destruksi diukur kadar logamnya secara Spektroskopi dengan instrumen SSA. Kemudian dilakukan pengujian terhadap perbandingan perolehan kadar logam tembaga dan timbal terukur dengan variasi zat pengoksidasi yang digunakan. Berikut data yang diperoleh:

Tabel 4.3 Kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam larutan sampel menggunakan destruksi basah *refluks* secara Spektroskopi serapan atom (SSA)

No	Pelarut	Rata – rata kadar logam dalam larutan sampel (mg/kg)	
		Tembaga	Timbal
1	HNO ₃ + HClO ₄ (2:1)	5,528	5,735
2	HNO ₃ + HClO ₄ (4:1)	5,430	3,410

Berdasarkan data pada tabel 4.2 diketahui kadar logam tembaga dan timbal pada variasi HNO₃ + HClO₄ (2:1) berturut – turut 5,528 mg/kg dan 5,735 mg/kg. Sedangkan kadar logam tembaga dan timbal pada variasi HNO₃ + HClO₄ (4:1) berturut – turut 5,430 mg/kg dan 3,410 mg/kg. Dari data tersebut nilai kadar logam tembaga pada variasi HNO₃ + HClO₄ (2:1) dan (4:1) memiliki selisih yang sangat kecil, sehingga dibutuhkan uji statistik untuk menentukan nilai signifikan pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam tembaga. Pada kadar logam timbal terdapat perbedaan yang signifikan antara variasi zat pengoksidasi dengan hasil analisis. Hal tersebut dipengaruhi oleh perbedaan komposisi pada zat pengoksidasi yang di uji. Zat pengoksidasi HNO₃ + HClO₄ (2:1) memiliki asam perklorat yang lebih banyak dari pada HNO₃ + HClO₄ (4:1). Asam perklorat dalam reaksi ini bertindak sebagai oksidator kuat, dimana HClO₄ akan memutus logam dalam senyawa organik. Sehingga semakin banyak asam

perklorat yang digunakan maka semakin banyak logam yang tereduksi. Perbedaan komposisi zat pengoksidasi mengakibatkan pada perubahan tingkat keasamannya. Zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1) memiliki tingkat keasaman yang lebih tinggi dari pada $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (4:1). Adapun reaksi antara $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ sebagai berikut (Kubota, 2001):



Zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1) memiliki pH campuran sebesar -3,55 dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (4:1) memiliki pH campuran sebesar -3,33. Jumlah mol terlarut berpengaruh terhadap konsentrasi asam yang dihasilkan. Penambahan volume HClO_4 mengakibatkan konsentrasi keasaman larutan semakin bertambah. Asam perklorat sebanyak 5 ml dalam 15 ml larutan campuran memiliki molaritas yang lebih besar dibandingkan HClO_4 sebanyak 3 ml dalam volume pelarut campuran yang sama, hal tersebut berpengaruh langsung terhadap konsentrasi $[\text{H}^+]$ campuran yang dihasilkan. Konsentrasi $[\text{H}^+]$ campuran pada $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1) lebih besar dari pada konsentrasi $[\text{H}^+]$ campuran pada $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (4:1). Konsentrasi $[\text{H}^+]$ campuran yang tinggi menyebabkan pHnya semakin rendah. Hal tersebut berpengaruh langsung terhadap reaksi antara zat pengoksidasi dan sampel.

Kekuatan suatu asam juga dapat dilihat dari kemampuannya dalam melepaskan atom hidrogen atau kemampuannya dalam membentuk ion H_3O^+ . Kemampuan ini ditunjukkan oleh besarnya nilai pKa dari suatu asam tersebut. Semakin kecil nilai pKa yang dimiliki, maka semakin mudah asam tersebut melepaskan ion hidrogennya sehingga semakin besar keasamannya. Berdasarkan nilai pKa yang dimiliki, maka asam nitrat dan asam perklorat merupakan asam

yang kuat dengan nilai pKa berturut-turut sebesar -1,3 dan -7. Oleh karena itu, dengan menggunakan kedua jenis asam kuat tersebut, maka kekuatan keasaman dari larutan dapat bertambah besar sehingga kemampuan mengoksidasi senyawa organik bertambah besar pula.

Untuk menentukan ada tidaknya pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam digunakan analisis secara statistik. Data yang diperoleh kemudian dianalisis dengan one way anova. Uji statistik dengan one way anova menggunakan taraf signifikansi sebesar 95%. Kemudian dilakukan pengujian hipotesis:

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

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

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

Tabel 4.4 Hasil uji one way anova pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam Timbal dalam sampel tanaman rimpang

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	9.191	1	9.191	18.901	.012
Within Groups	1.945	4	.486		
Total	11.136	5			

Berdasarkan tabel 4.3 dengan menggunakan tingkat kesalahan 0,05 maka diperoleh nilai F hitung sebesar 18,901 sedangkan nilai F tabel sebesar 18,51, maka sesuai aturan dimana F hitung > F tabel maka H_0 ditolak dan H_1 diterima,

artinya terdapat pengaruh yang signifikan antara variasi zat pengoksidasi dengan kadar logam timbal (Pb) dalam tanaman rimpang. Untuk uji statistik terhadap variasi zat pengoksidasi dengan kadar logam tembaga (Cu) dapat dilihat sebagai berikut:

Tabel 4.5 Hasil uji one way anova pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam Tembaga dalam sampel tanaman rimpang.

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.015	1	.015	.022	.890
Within Groups	2.728	4	.682		
Total	2.743	5			

Berdasarkan tabel 4.4 dengan menggunakan tingkat kesalahan 0,05 maka diperoleh nilai F hitung sebesar 0,022 sedangkan nilai F tabel sebesar 18,51, maka sesuai aturan dimana $F_{hitung} < F_{tabel}$ maka H_0 diterima, artinya tidak terdapat pengaruh yang signifikan antara variasi zat pengoksidasi dengan kadar logam tembaga (Cu) dalam tanaman rimpang.

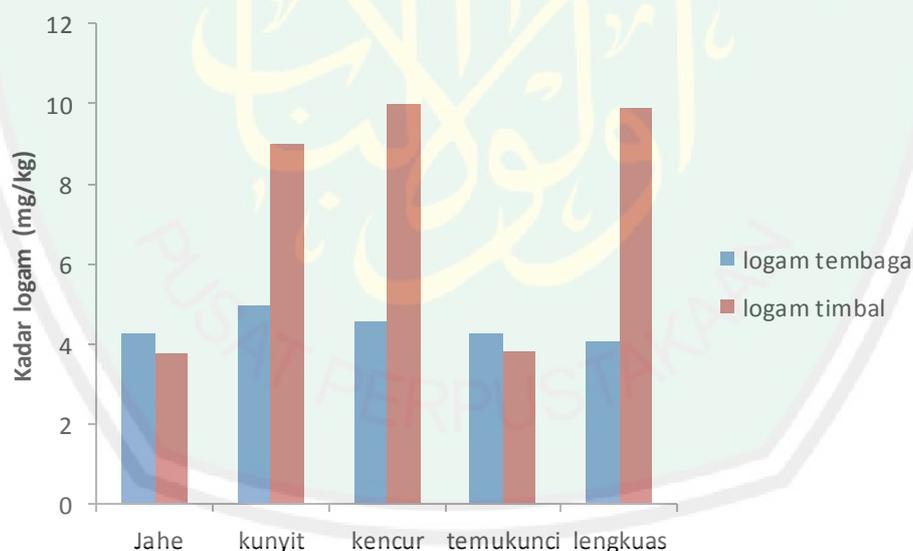
Hasil uji statistik menunjukkan bahwa terdapat pengaruh yang signifikan dalam penggunaan variasi zat pengoksidasi yang digunakan untuk analisis jenis logam timbal dalam sampel tanaman rimpang. Sedangkan untuk jenis logam tembaga pengaruh variasi zat pengoksidasi tidak berpengaruh signifikan terhadap kadar logam yang diperoleh. Logam tembaga (Cu) berikatan dengan senyawa kompleks organik membentuk ikatan logam yang kuat ikatannya lebih lemah dari ikatan ionik ataupun ikatan kovalen, sehingga ketika bereaksi dengan asam, ikatan logamnya pun mudah terlepas membentuk ion Cu^{2+} . Suaniti (2007) membandingkan kestabilan logam Pb dan Cu yang memiliki ligan EDTA dimana konstanta kestabilan Pb lebih kecil dari pada dengan Cu. Hal ini disebabkan oleh konfigurasi elektron Pb ($5d^{10}6s^26p^2$) yang menjadi Pb^{2+} dengan melepaskan 2

elektron sehingga terbentuk $5d^{10}6s^2$. Sedangkan Cu melepas 2 elektron menjadi Cu^{2+} sehingga terbentuk $3d^94s^0$. Berdasarkan hal tersebut maka pasangan elektron dari senyawa organik lebih stabil menjadi ligan dari Cu^{2+} dari pada Pb^{2+} . Kestabilan atom pusat dalam mengikat ligan – ligannya dipengaruhi oleh muatan inti efektif atom pusatnya. Semakin besar nilai muatan inti efektif dari suatu atom maka semakin besar pula kemampuannya untuk mengikat ligan membentuk kompleks yang stabil (Effendy. 2013). Nilai muatan inti efektif ion Cu^{2+} jauh lebih besar dibandingkan muatan inti efektif ion Pb^{2+} . Selain itu kuat ikatan logam dapat dibandingkan dengan besar kecilnya jari – jari atom pusat dari kompleks tersebut. Atom Cu memiliki jari – jari atom yang jauh lebih kecil dibandingkan atom Pb yang memungkinkan atom Cu memiliki kuat ikatan yang jauh lebih besar dari pada atom Pb. Pasca proses destruksi kestabilan yang dimiliki oleh logam Cu dan Pb tidak berubah. Hal ini menyebabkan logam Cu mudah berikatan dengan senyawa asam membentuk $Cu-(NO_3)_2$. Menurut Huheey (1993) setiap logam dimungkinkan mengalami ikatan antara situs aktif dari senyawa organik dengan atom H dari H_2O yang terikat pada ion logam, sehingga terjadi interaksi untuk membentuk ikatan hidrogen. Ikatan hidrogen yang terbentuk ini relatif lemah jika dibandingkan dengan ikatan kovalen atau ikatan ion. Namun tidak semua ikatan logam Cu dan Pb putus dengan penambahan asam, ada kemungkinan logam Cu dan Pb yang masih tertinggal setelah mengalami oksidasi, hal tersebut diduga karena adanya interaksi logam Pb dan Cu yang terikat secara kuat dengan gugus sulfidril dari asam amino yang tidak dapat diputus ikatannya karena bersifat stabil (Suaniti. 2007). Sehingga perubahan variasi komposisi dari zat pengoksidasi tidak memberikan dampak yang signifikan terhadap kadar logam tembaga yang berhasil

terdestruksi. Oleh sebab itu jenis dan komposisi zat pengoksidasi yang digunakan harus sesuai, sehingga proses destruksi akan berjalan dengan baik dan maksimal. Hasil dari penentuan variasi zat pengoksidasi terbaik ini kemudian digunakan untuk menentukan konsentrasi logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam lima jenis tanaman rimpang, yaitu jahe, kunyit, kencur, temukunci, dan lengkuas.

4.6 Penentuan Kadar Logam Pada Sampel

Penentuan kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dalam lima jenis sampel tanaman rimpang menggunakan metode destruksi basah *refluks* dengan zat pengoksidasi terbaik yaitu $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1). Penelitian ini menggunakan sampel jahe, kunyit, kencur, temukunci dan lengkuas. Kadar logam tembaga dan timbal pada kelima jenis sampel dapat dilihat pada diagram berikut:



Gambar 4.3 Grafik kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) pada lima jenis rimpang

Berdasarkan gambar 4.3 diketahui bahwa kadar dua jenis logam dalam lima jenis sampel tanaman rimpang sangat bervariasi. Pada jenis rimpang jahe diketahui kadar logam tembaga rata – rata sebesar 4,273 mg/kg sedangkan untuk

kadar logam timbalnya sebesar 3,782 mg/kg. Untuk kadar logam tembaga dan timbal pada kunyit rata – rata sebesar 4,967 mg/kg dan 9,015 mg/kg. Kadar logam tembaga dan timbal pada kencur berturut – turut sebesar 4,570 mg/kg dan 9,983 mg/kg. Kadar logam tembaga dan timbal pada temukunci sebesar 4,273 mg/kg dan 3,832 mg/kg. Sedangkan untuk lengkuas kadar logam tembaga dan timbalnya sebesar 4,059 mg/kg dan 9,918 mg/kg. Dari hasil analisis tersebut diketahui kadar logam tembaga pada kelima jenis sampel relatif menunjukkan nilai yang sama. Sedangkan untuk kadar logam timbal pada kelima sampel menunjukkan nilai yang bervariasi, tiga jenis sampel rimpang yaitu kunyit, kencur, dan lengkuas menunjukkan nilai kontaminasi logam tinggi yang tinggi. Kontaminasi logam tembaga dan timbal pada tanaman rimpang dapat disebabkan oleh beberapa faktor, diantaranya media tanam, pupuk, polusi udara dan air yang digunakan.

Perpindahan logam dari tanah ke tanaman tergantung komposisi dan pH tanah. Tanaman dapat menyerap logam pada saat kondisi kesuburan tanah tinggi dan banyaknya kandungan bahan organik. Logam tidak akan larut dalam tanah jika tanah tidak terlalu asam. Keasaman tanah disebabkan oleh banyaknya kandungan pupuk dan sisa peptisida yang digunakan untuk mempercepat proses pertumbuhan dan mengurangi serangan hama. Dalam penelitian yang dilakukan oleh Parmiko dkk (2014) pupuk kimia jenis NPK dan TSP mengandung logam berat Cu dan Zn, sehingga pemakaian pupuk tersebut harus dilakukan dengan cara yang tepat. Polusi dari kendaraan bermotor juga penyebab perpindahan cemaran logam dari udara ke tanaman. Logam timbal yang ada diudara dapat terabsorb oleh tanah dan mengendap di dalamnya, sehingga ketika tanah tersebut ditanami tanaman, logam timbal yang ada di dalamnya akan mencemari tanaman

tersebut. Sedangkan pencemaran di air terjadi akibat limbah pabrik dan limbah rumah tangga yang di buang langsung ke saluran irigasi tanpa proses pengolahan. Sehingga ketika air tersebut akan mencemari tanah dan terabsorb oleh tanaman.

Hasil analisis yang telah dilakukan memberikan informasi bahwa lima jenis tanaman rimpang yang beredar di masyarakat positif terkontaminasi logam tembaga dan timbal, dengan rata – rata nilai kontaminan diatas ambang batas yang telah ditetapkan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) yaitu 0 mg/kg untuk cemaran logam timbal tetapi untuk logam tembaga masih dibawah ambang batas cemaran yaitu sebesar 30 mg/kg.

4.7 Kajian Hasil Analisis Dalam Perspektif Islam

Salah satu mukjizat Al Quran ialah perhatiannya terhadap persoalan pangan sebagai unsur penting dalam kehidupan manusia. Islam memberikan perhatian khusus terhadap masalah pangan dalam kehidupan manusia mulai dari bentuk hingga kandungan bahan pangan yang dikonsumsi. Terdapat sejumlah ayat dalam Al Quran yang secara umum berbicara tentang pangan dan kaidah-kaidah yang menjadi acuan standar mutu pangan serta metode-metode penjaminannya.

Bahan pangan yang sering dikonsumsi manusia adalah tumbuhan. Bagian tumbuhan yang dikonsumsi manusia tidak hanya sebatas batang, daun, dan buahnya saja. Manusia juga menggunakan akar tanaman (rimpang) untuk dijadikan sumber makanan ataupun produk non pangan. Salah satu jenis akar – akaran yang disebutkan dalam Al Quran yaitu jahe, sebagaimana firman Allah dalam surah Al – Insan ayat 17:

وَدُسَّقُونَ فِيهَا كَأْسًا كَانَ مِرْأُجُهَا زَنْجَبِيلًا

Artinya: “Di dalam surga itu mereka diberi minum segelas (minuman) yang campurannya adalah jahe.”

Fungsi pangan yaitu untuk menjaga keberlangsungan hidup dan menjaga agar makhluk hidup sehat lahir dan batin. Kualitas makanan yang dikonsumsi dapat berpengaruh terhadap kualitas hidup dan perilaku makhluk hidup itu sendiri. Oleh karena itu, setiap makhluk hidup harus berusaha untuk mendapatkan makanan yang baik seperti firman Allah SWT dalam QS. Al Maaidah ayat 88:

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

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

Penelitian tentang penentuan logam timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dalam lima jenis tanaman rimpang didapatkan hasil kadar rata – rata kedua logam pada hasil destruksi sampel sebagai berikut: jahe diketahui memiliki kadar logam tembaga rata – rata sebesar 4,273 mg/kg sedangkan untuk kadar logam timbalnya sebesar 3,782 mg/kg. Untuk kadar logam tembaga dan timbal pada kunyit rata – rata sebesar 4,967 mg/kg dan 9,015 mg/kg. Kadar logam tembaga dan timbal pada kencur berturut – turut sebesar 4,570 mg/kg dan 9,983 mg/kg. Kadar logam tembaga dan timbal pada temukunci sebesar 4,273 mg/kg dan 3,832 mg/kg. Sedangkan untuk lengkuas kadar logam tembaga dan timbalnya sebesar 4,059 mg/kg dan 9,918 mg/kg.

Menurut perspektif Islam, kelima jenis rimpang yang dianalisis dalam penelitian ini 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 mengandung cemaran logam timbal masuk dalam tubuh, akan terakumulasi dalam tubuh dan mengganggu system syaraf. Logam timbal (Pb) sangat berbahaya bila terakumulasi dalam tubuh bayi dan anak – anak, karena dapat menyebabkan gangguan mental dan penurunan kecerdasan. Sedangkan kadar logam tembaga dalam kelima sampel masih berada dalam standar proposional yang ditetapkan oleh SNI. Tembaga merupakan logam yang bersifat esensial terutama pada tubuh hewan dan manusia akan tetapi jika di konsumsi secara berlebihan maka akan bersifat racun terhadap tubuh karena tidak mampunya tubuh menyerap tembaga yang berlebih.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

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

1. Zat pengoksidasi terbaik logam timbal dan tembaga pada sampel rimpang dengan destruksi basah *refluks* adalah $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (2:1).
2. Analisa kadar logam tembaga pada jahe, kunyit, kencur, temukunci, dan lengkuas, berturut – turut sebesar 4,273 mg/kg, 4,967 mg/kg, 4,570 mg/kg., 4,273 mg/kg dan 4,059 mg/kg.
3. Analisis Kadar logam timbal pada jahe, kunyit, kencur, temukunci dan lengkuas, berturut – turut sebesar 3,782 mg/kg, 9,015 mg/kg, 9,983 mg/kg, 3,832 mg/kg dan 9,918 mg/kg.

5.2 Saran

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

1. Perlu dilakukan analisis kadar logam berat seperti arsen dan merkuri yang terdapat pada sampel tanaman rimpang.
2. Perlu dilakukan analisis terhadap produk olahan rimpang, seperti makanan – minuman herbal, bumbu masakan, dan jamu tradisional.
3. Dilakukan uji lanjutan dengan pendestruksi dan variasi komposisi yang berbeda menggunakan metode destruksi basah menggunakan *microwave*.

DAFTAR PUSTAKA

- Afriastini. 2002. *Bertanam Kencur Edisi Revisi*. Jakarta; Penebar Swadaya
- Agung, Muhammad., Dkk. 2013. *Biological Activities Of Panduratin A, An Active Compound From Temu Kunci (Boesenbergia Rotunda)*. Jakarta; Faculty Of Medicine Universitas Indonesia
- Alloway, B.J. 1990. *Heavy Metal In Soils*. New York; Jhon Willey And Sons Inc
- Alloway, B.J. 1995. *Heavy Metal In Soils Edisi Kedua*. New York; Jhon Willey And Sons Inc
- AOAC. 1998. Official Methods Of Analysis The Association Of Official Analytical Chemistry, Inc. Washington DC. Association Of Official Analytical Chemistry.
- Astawan, Made. 2005. *Awas Koran Bekas! Kompas Cyber Media*. [Http://Www.Kompas.Com](http://www.kompas.com)
- Backle, K.A. 1985. *Ilmu Pangan. Cetakan Pertama*. Jakarta; UI Press
- Chattopadhyay, I., Biswas, K., Bandyopadhyay, U. And Banerjee, R.K., 2004. *Tumeric And Curcumin : Biological Actions Ans Medicinal Applications*. Current Science. 87 (1) : 44 - 53.
- Cristina, Lim. 2007. *Rempah-Rempah Komoditi Ekspor Indonesia*. Bandung. Penerbit Sinar Baru.
- Dalimartha, S. (2009). *Atlas Tumbuhan Obat Indonesia: Hidup Sehat Alami Dengan Tumbuhan Berkhasiat. Jilid VI*. Jakarta: Pustaka Bunda
- Darko, B., dkk. 2014. *Heavy metal content in mixed and unmixed seasonings on the Ghanaian market*. Ghana; African journal of food science
- Darmono. 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Mahkluk Hidup*. Jakarta; UI-Press
- Departemen Kesehatan RI. 2001. *Kerangka Acuan Uji Petik Kadar Timbal (Pb) Pada Spesimen Darah Kelompok Masyarakat Beresiko Tinggi Pencemaran Timbal*. Jakarta; Ditjen PPM Dan PLP Departemen Kesehatan RI
- Effendy. 2013. *Perspektif Baru Kimia Koordinasi Jilid 1 Edisi 2*. Malang; Indonesia Academic Publishing
- Erdayanti, Dkk. 2015. *Analisis Kandungan Logam Timbal Pada Sayur Kangkung Dan Bayam Di Jalan Kartama Pekanbaru Secara SSA. Vol 2 No 1*. Pekanbaru; Kompas Bina Widya

- Ganiswara, G. 1995. *Farmakologi Dan Terapi Ed 4*. Jakarta; Farmatologi UI
- Gholib. 2008. *Uji Daya Hambat Ekstrak Etanol Jahe Merah (Zingiberofficinale Var. Rubrum) Dan Jahe Putih (Zingiber Officinale Var. Amarum) Terhadap Trichophyton Mentagrophytes Dan Cryptococcus Neoformans*. Bogor; Prosiding Seminar Nasional Teknologi Peternakan Dan Veteriner.
- Hayati, Erita. 2010. *Pengaruh Pupuk Organik dan Anorganik Terhadap Kandungan Logam Berat Dalam Tanah dan Jaringan Tanaman Selada*. Banda Aceh; Universitas Syiah Kuala
- Hidayat, Yayan S. 2015 *Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)*. Skripsi. Jurusan Kimia. Malang; UIN Maulana Malik Ibrahim
- Huheey, J.E. 1993. *Inorganic Chemistry: Principle of Structure and Reactivity, 4th Edition*. New York; Harper Collins College Publishers
- Indrajati, K. Hartatie, P. dan Imelda. 2005. *Studi kandungan logam Pb dalam tanaman kangkung umur 3 dan 6 minggu yang ditanam di media yang mengandung Pb*. Makalah Sains 9(2): 56-59
- Kartikasari, Melinda. 2016. *Analisis Timbal Pada Apel (Pylus Malus L.) Menggunakan Variasi Metode Destruksi Dengan Spektrofotometri Serapan Atom*. Skripsi Jurusan Kimia. Malang: UIN Malang
- Khopkar,S.M. 1990 *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta; UI Press
- Krejpcio1, Z., dkk. 2007. *Evaluation of Heavy Metals Contents in Spices and Herbs Available on the Polish Market*. Polandia; Polish J of Environ
- Kubota, Naminosuke. 2006. *Propellants and Explosives Thermochemical Aspects Of Combustion*. Tokyo; Wiley-VCH
- Lukito, A. M. 2007. *Petunjuk Praktis Bertanam Jahe*. Jakarta; Agromedia Pustaka.
- Maligan, Jaya Mahar. 2014. *Kimia Pangan “Analisis Mineral”*. Malang; FTP-UB
- Marbaniang, D G., dkk. 2012. *Study of the Trace Metal Concentration in Some Local Vegetables Available in Shillong City*. Meghlaya, India; International Journal Of Environmental Protection

- Maria, S. 2009. Penentuan Kadar Logam Besi (Fe) dalam Tepung Gandum dengan Cara Destruksi Basah dan Destruksi Kering dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Sumatera Utara.
- Marini, Q. 2005. *Pemeriksaan Cemar Pb(II) Pada Daun The (Camellia Sinensis L.O. Kuntze) Yang Ditanam Di Pinggir Jalan Di Daerah Alahan Panjang Sumatera Barat Secara Spektrofometri Serapan Atom*. Skripsi. Padang; FMIPA – Universitas Andalas
- Masyhabi, Rahmat A. 2015 *Penentuan Kadar Logam Tembaga (Cu) Dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)*. Skripsi. Jurusan Kimia. Malang; UIN Maulana Malik Ibrahim
- Mubeen, Hifsa., dkk. 2009. *Investigations Of Heavy Metals In Commercial Spices Brands*. Lahore Pakistan; New York Science Journal
- Muchtadi. 2009. *Destruksi Basah Dan Kering*. Makasar. Unhas Press
- Muhlisah. 1999. *Temu – Temuan Dan Empon – Empon Budidaya Dan Manfaatnya. Cetak I*. Yogyakarta; Penerbit Kanisilis
- Nagababu E. Laksmiah N. 1992. *Inhibitory Effect Of Eugenol On Non Enzymatic Lipid Peroxidation In Rat Liver Mitochondria*. *Biochemical Pharmacology*; 43; 239-400
- Naria, E. 1999. *Mewaspada Dampak Bahan Pencemar Timbal (Pb) Di Lingkungan Terhadap Kesehatan*. *Jurnal Komunikasi Penelitian*, 14 (4) 3-4
- Odum, E. P. 1993. *Dasar – dasar Ekologi*. (alih bahasa: T. Samingan). Edisi ketiga. Yogyakarta; UGM Press
- Olivia F., Alam S. And Hadibroto I. 2006. *Seluk Beluk Food Supplement*. Jakarta: Penerbit PT Gramedia Pustaka Utama
- Palar, H. 1994. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Pt. Rineka Cipta, Jakarta.
- Palar, H. 2004. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta; Rineka Cipta
- Qudsi, Hadi. 2014. *Modifikasi Struktur Senyawa Etil P-Metoksisinamat Yang Diisolasi Dari Kencur (Kaempferia Galangal L) Dengan Metode Reaksi Reduksi Dan Uji Aktivitas Antiinflamasi Secara In Vitro*. *Skripsi*. Jakarta; Uin Syarif Hidayatullah Jakarta
- Rahmawati, Eny. 2014. *Analisis Kadar Logam Tembaga (Cu) Pada Permen Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)*. *Skripsi*. Malang;

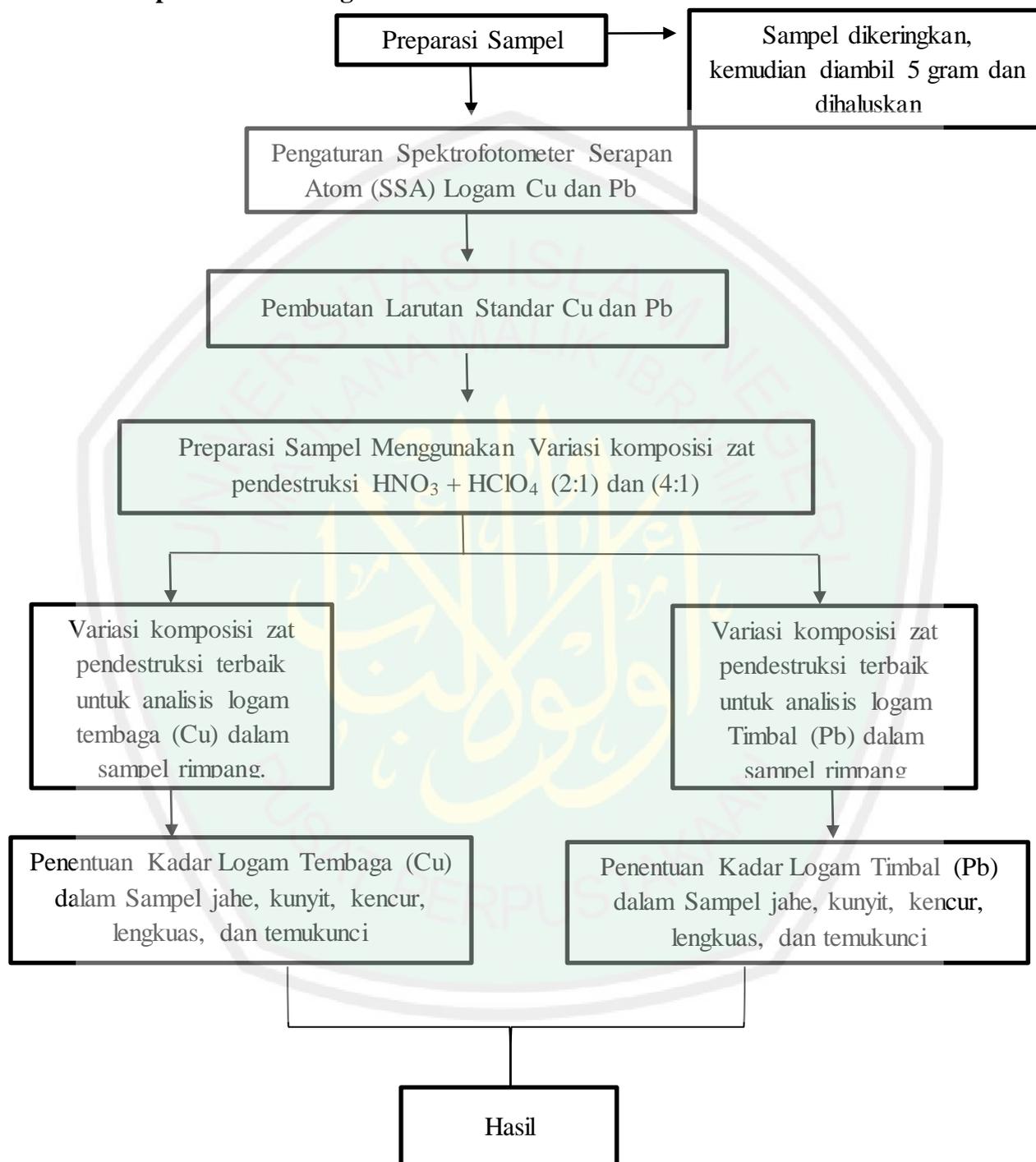
Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

- 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
- Sahibi, ABD Rahim, dkk. 2012. *Kandungan Logam Berat dalam Tumbuhan Penyedap Rasa Terpilih dan dalam Tanah Ultrabases di Felda Rokan Barat*. Negeri Sembilan, Malaysia; Sains Malaysia 41(1)(2012)
- Sastrohamidjojo, H. 1991. *Kromatografi edisi II*. Yogyakarta; Liberty
- Setyawan, A. 2004. "Pencemaran Logam berat Fe, Cd, Cr dan Pb pada Lingkungan Mangrove di Propinsi Jawa Tengah". *Enviro*. 4 (2) 45-49
- Sharman, Nikita., dkk. 2014. *Analysis of Heavy Metals Content in Spices Collected from Local Market of Mumbai by using Atomic Absorption Spectrometer*. Mumbai; Global Journal for research analysis
- Shihab, Q. 1997. *Membumikan al-Qur'an Fungsi dan Peran Wahyu dalam Kehidupan Masyarakat*. Bandung: Mizan
- Shihab, Q. 1997. *Wawasan al-Qur'an Tafsir Maudhui Atas Pelbagai Persoalan Ummat*. Bandung: Mizan
- Shobana S, Naidu Ka. 2000. *Antioxidant Activity Of Selected Indian Species. Prostaglandins Leukotrienes & Essential Fatty Acids*; 62; 107-110
- Skoog Et., All. 2000. *Principles Of Instrument Analysis*. USA; CSB College Publishing
- SNI. 2009. *Batas Maksimum Cemaran Logam Dalam Pangan. Sni (Standar Nasional Indonesia)*. Jakarta
- Suaniti, Ni Made. 2007. *Pengaruh EDTA Dalam Penentuan Kandungan Timbal dan Tembaga Pada Kerang Hijau (Mytilus Viridis)*. Denpasar: FMIPA UNUD
- Sumardi. 1981. *Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur – Unsur Fe, Cu, Mn, Dan Zn Dalam Contoh – Contoh Biologis. Prosding Seminar Nasional Metode Analisis*. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta; LIPI
- Supriyanto. C., Samin Dan Zainul, K. 2007. *Analisis Cemaran Logam Berat Pb, Cu, Dan Cd Pada Ikan Air Tawar Dengan Metode Spektrometri Nyala Serapan Atom (Ssa)*. Prosding^{3rd} Seminar Nasional. Yogyakarta; Batan

- Taib, Gunarif. 1988. *Operasi Pengeringan Pada Pengolahan Hasil Pertanian*. Jakarta; PT. Mediyatama Sarana Perkasa
- Tan Eng- Chong, Dkk. 2013. *Boesenbergia Rotunda: From Ethnomedicine To Drug Discovery*. Kuala Lumpur; Faculty Medicine University Of Malaya
- Umar,. M. A dan Zubair O. O. Salihu. 2014. *Heavy metals content of some spices available within FCT-Abuja*. Abuja-Nigeria; Department of Chemistry, Faculty of Sciences, University of Abuja
- Vogel, A. I. (1990). *Kimia Analisis Kualitatif Anorganik. Penerjemah: Setiono Dan Hadyana Pudjaatmaka. Edisi Kelima. Bagian I*. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka. Hal. 207, 212.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatis Makro Dan Semimikro*. Jakarta: PTKalman Media Pustaka
- Wahidin, Abdul. 2010 *Modul Pelatihan Instrumentasi SSA*. Yogyakarta; Laboratorium Terpadu UII
- Wardana, H. D. 2002. *Budi Daya Secara Organik Tanaman Obat Rimpang*. Jakarta; Penebar Swadaya.
- Widowati, W., Dkk. (2008). *Efek Toksik Logam*. Yogyakarta: Penerbit Andi.
- Winarti Christina Dan Nanan Nurdjanah. 2007. *Peluang Tanaman Rempah Dan Obat Sebagai Sumber Pangan Fungsional*. Bogor; Balai Besar Penelitian Dan Pengembangan Pascapanen Pertanian
- Winarto, W P. 2003. *Khasiat Tanaman Kunyit*. Jakarta; PT Agromedia Pustaka
- Wulandari, E. A dan Sukesi. 2013. *Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (Eucheuma cottonii)*. Jurnal Sains dan Seni Pomits Vol. 2 No.2

LAMPIRAN

Lampiran 1: Rancangan Penelitian



Lampiran 2: Diagram Alir

1. Preparasi Sampel Campuran

Tanaman Rimpang

- Dikeringkan hingga kadar airnya max 12 %
- ditimbang masing-masing sampel tanaman rimpang (jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci) dengan neraca analitik sebanyak 5 gram
- dicampur hingga homogen
- ditumbuk hingga halus dan tercampur sempurna

Sampel Campuran

2. Pengaturan Alat Spektrometri Serapan Atom (SSA)

(a) Logam Pb

Alat SSA

- diatur panjang gelombang 217 nm
- diatur laju alir asetilen 2,0 L/menit
- diatur laju alir udara 10,0 L/menit
- diatur kuat arus HCl 10,0 μ A
- diatur lebar celah 0,7 nm
- diatur tinggi burner 2,0 mm

Hasil

(b) Logam Cu

Alat SSA

- diatur panjang gelombang 324,7 nm
- diatur laju alir asetilen 2,5 L/menit
- diatur laju alir udara 13,5 L/menit
- diatur kuat arus HCl 10,0 μ A
- diatur lebar celah 0,5 nm
- diatur tinggi burner 13,0 mm

Hasil

3. Pembuatan Larutan Standar

(a) Timbal

Larutan induk Pb 1000 ppm

- diambil 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- diencerkan menjadi 10 ppm sampai tanda batas

Larutan Induk Timbal 10 ppm

- diambil 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL masing-masing di masukkan dalam 50 labu ukur mL dan diencerkan sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan seri standar Pb 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L
- dianalisis sederatan larutan standar Pb dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm

Hasil

(b) Tembaga

Larutan induk Cu 1000 ppm

- diambil 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL
- diencerkan menjadi 10 ppm sampai tanda batas

Larutan Induk Tembaga 10 ppm

- diambil 1 mL; 2 mL; 3 mL dan 4 mL masing-masing di masukkan dalam 50 labu ukur mL dan diencerkan sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan seri standar Cu 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L dan 0,8 mg/L
- dianalisis sederatan larutan standar Cu dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 324,7 nm

Hasil

4. Penentuan Logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) Dengan variasi komposisi zat pengoksidasi terbaik

Sampel Campuran

ditimbang 1 gram sampel rimpang hasil preparasi ditambahkan dengan 15 mL HNO_3 65% p.a dan HClO_4 di dalam refluks dengan variasi komposisi pelarut sebagai berikut:

Variasi Komposisi $\text{HNO}_3 : \text{HClO}_4$	Kadar Logam Tembaga			Kadar Logam Timbal		
	1	2	3	1	2	3
2:1						
4:1						

— dipanaskan dengan suhu 100°C hingga larutan jernih
 — didinginkan larutan hasil refluks sampai suhu kamar
 — disaring dengan kertas Whatman 42
 — dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL
 — diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas
 — diukur kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dengan
 — menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Hasil

5. Penentuan Kadar Logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) dalam Sampel tanaman rimpang dengan Jenis Berbeda

Sampel Campuran

ditimbang 1 gram masing-masing sampel tanaman rimpang dianalisis dengan menggunakan metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik. Sehingga didapatkan variasi seperti tabel berikut:

Jenis Rimpang	Kadar Logam Tembaga			Kadar Logam Timbal		
	1	2	3	1	2	3
Jahe						
Kunyit						
Kencur						
Lengkuas						
Temukunci						

dilakukan uji kadar logam tembaga (Cu) dan timbal (Pb) dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulangan dari masing-masing jenis rimpang

Hasil

Lampiran 3: Perhitungan

1. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Membuat larutan standar 10 mg/L dari larutan stok 1000 mg/L

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 10 mg/L dibuat dari 1 mL larutan stok 1000 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 100 mL.

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

➤ **0.1 mg/L**

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

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

$$V_1 = \frac{5 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

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

➤ **0.2 mg/L**

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 0,2 mg/L dibuat dari 1 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 50 mL..

➤ **0,4 mg/L**

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

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

$$V_1 = \frac{20 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Jadi, larutan standar 0,4 mg/L dibuat dari 2mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 50 mL..

➤ **0,8 mg/L**

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

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

$$V_1 = \frac{40 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Jadi, larutan standar 0,8 mg/L dibuat dari 4 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 50 mL..

➤ **1,4 mg/L**

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 1,4 mg/L dibuat dari 7 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 50 mL..

2. Pembuatan Kurva Standar Tembaga (Cu)

1000 mg/L menjadi 10 mg/L

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 10 mg/L dibuat dari 1 mL larutan stok 1000 mg/L yang diencerkan dalam takar 100 mL dengan HNO₃ 0,5 M.

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

➤ **0.2 mg/L**

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

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

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

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

Jadi, larutan standar 0,2 mg/L dibuat dari 1 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 50 mL..

➤ **0,4 mg/L**

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

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

$$V_1 = \frac{20 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Jadi, larutan standar 0,4 mg/L dibuat dari 2 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 50 mL..

➤ **0,6mg/L**

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

$$10 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,6 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{30 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 3 \text{ mL}$$

Jadi, larutan standar 0,6 mg/L dibuat dari 3 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 50 mL..

➤ **0,8 mg/L**

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

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

$$V_1 = \frac{40 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}$$

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

Jadi, larutan standar 0,8 mg/L dibuat dari 4 mL larutan 10 mg/L yang diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M dalam labu takar 50 mL..

3. Pembuatan HNO₃ 0,5 M

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

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

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

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

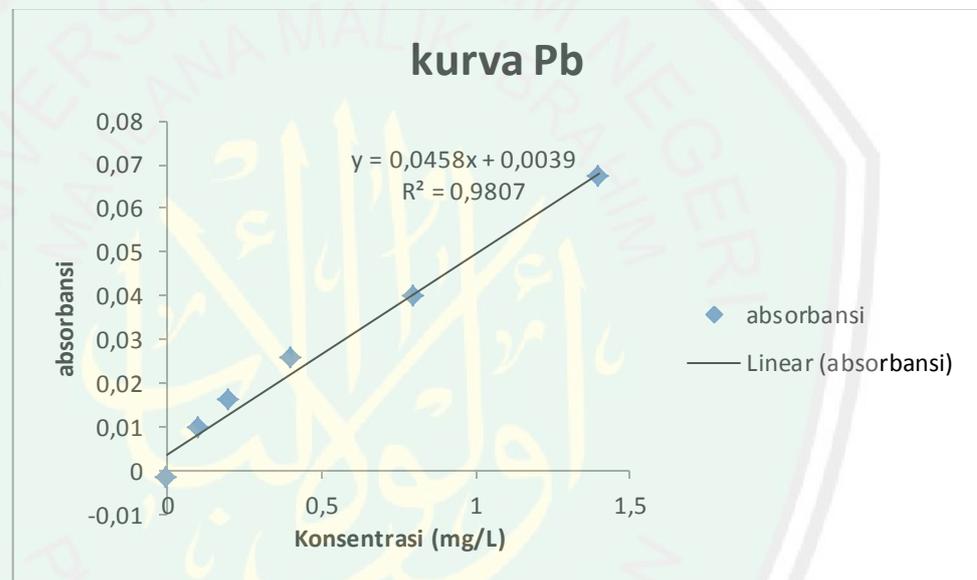
$$14,4 \times V_1 = 0,5 \times 500$$

$$V_1 = \frac{500 \times 0,5}{14,4}$$

$$V_1 = 17,36 \text{ mL}$$

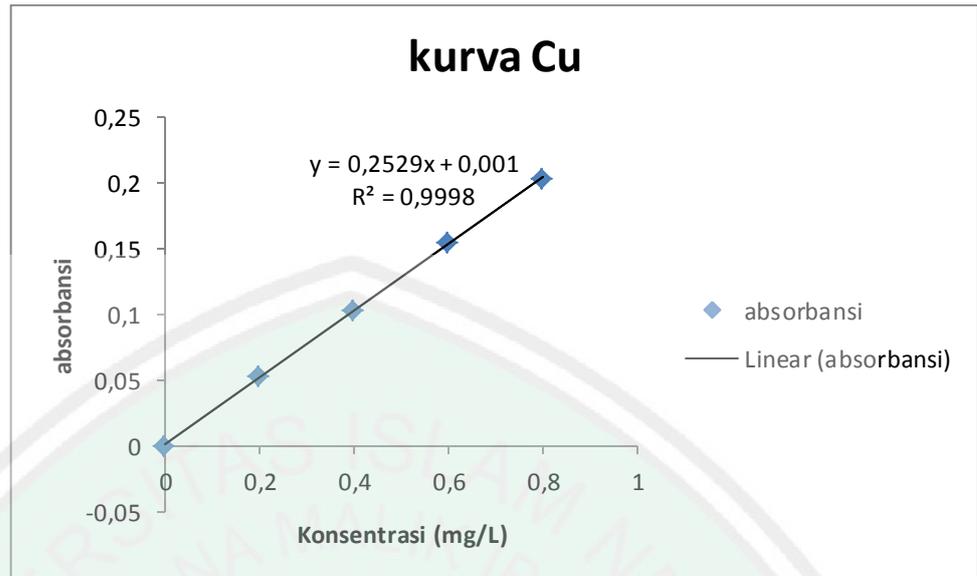
4. Hasil Uji Linearitas Dan Sensitivitas

Standar logam Pb



- Linearitas ditunjukkan dengan nilai $R^2 = 0,9657$
- Sensitivitas ditunjukkan dengan nilai slope (kemiringan) = 0,0497

Standar logam Cu



- a. Linearitas ditunjukkan dengan nilai $R^2 = 0,9997$
- b. Sensitivitas ditunjukkan dengan nilai slope (kemiringan) = 0,2545

5. Hasil Uji Akurasi

a. Standar logam timbal

- **0,1 ppm**

$$y = 0,0458x + 0,0039$$

$$0,0095 = 0,0458x + 0,0039$$

$$0,0095 - 0,0039 = 0,0458x$$

$$x = 0,1222$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{0,1222 \text{ ppm}}{0,1 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 122\%$$

- **0,2 ppm**

$$y = 0,0458x + 0,0039$$

$$0,0161 = 0,0458x + 0,0039$$

$$0,0161 - 0,0039 = 0,0458x$$

$$x = 0,2663$$

$$\% \text{ recovery} = \frac{0,2663 \text{ ppm}}{0,2 \text{ ppm}} \times 100\%$$

$$= 133\%$$

- **0,4 ppm**

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0458x + 0,0039 \\
 0,0257 &= 0,0458x + 0,0039 \\
 0,0257 - 0,0039 &= 0,0458x \\
 x &= 0,4759 \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,4759 \text{ ppm}}{0,4 \text{ ppm}} \times 100\% \\
 &= 119\%
 \end{aligned}$$

- **0,8 ppm**

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0458x + 0,0039 \\
 0,0396 &= 0,0458x + 0,0039 \\
 0,0396 - 0,0039 &= 0,0458x \\
 x &= 0,7794 \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,7794 \text{ ppm}}{0,8 \text{ ppm}} \times 100\% \\
 &= 97\%
 \end{aligned}$$

- **1,4 ppm**

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0458x + 0,0039 \\
 0,0669 &= 0,0458x + 0,0039 \\
 0,0669 - 0,0039 &= 0,0458x \\
 x &= 1,3755 \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{1,3755 \text{ ppm}}{1,4 \text{ ppm}} \times 100\% \\
 &= 98\%
 \end{aligned}$$

b. Standar logam tembaga

- **0,2 ppm**

$$\begin{aligned}
 y &= 0,2629x + 0,001 \\
 0,0521 &= 0,2629x + 0,001 \\
 0,0521 - 0,001 &= 0,2629x \\
 x &= 0,2020 \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,2020 \text{ ppm}}{0,2 \text{ ppm}} \times 100\% \\
 &= 101\%
 \end{aligned}$$

- **0,4 ppm**

$$y = 0,2629x + 0,001$$

$$\begin{aligned}
 0,1030 &= 0,2629x + 0,001 \\
 0,1030 - 0,001 &= 0,2629x \\
 x &= 0,4033 \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,4033 \text{ ppm}}{0,4 \text{ ppm}} \times 100\% \\
 &= 101\%
 \end{aligned}$$

- **0,6 ppm**

$$\begin{aligned}
 y &= 0,2629x + 0,001 \\
 0,1537 &= 0,2629x + 0,001 \\
 0,1537 - 0,001 &= 0,2629x \\
 x &= 0,6037 \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,6037 \text{ ppm}}{0,6 \text{ ppm}} \times 100\% \\
 &= 101\%
 \end{aligned}$$

- **0,8 ppm**

$$\begin{aligned}
 y &= 0,2629x + 0,001 \\
 0,2020 &= 0,2629x + 0,001 \\
 0,2020 - 0,001 &= 0,2629x \\
 x &= 0,7947 \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,7947 \text{ ppm}}{0,8 \text{ ppm}} \times 100\% \\
 &= 99\%
 \end{aligned}$$

6. Hasil Uji Kadar Air Sampel

No	Jenis Rimpang	Kadar air setelah pengeringan (%)
1	Jahe	10%
2	Kunyit	3%
3	Kencur	4%
4	Lengkuas	11%
5	Temukunci	7%

Perhitungan Kadar Air

$$\% \text{ kadar air sampel kering} = \frac{(\text{berat sampel basah}) - (\text{berat sampel kering})}{\text{berat sampel kering}} \times 100\%$$

a. Jahe

$$\text{Berat cawan} = 65,44 \text{ gr}$$

Berat sampel basah + cawan = 75,648 gr

Berat sampel kering + cawan = 74,733 gr

$$\begin{aligned} \% \text{ kadar air jahe} &= \frac{(75,648 \text{ gr} - 65,44 \text{ gr}) - (74,733 \text{ gr} - 65,44 \text{ gr})}{(74,733 \text{ gr} - 65,44 \text{ gr})} \times 100\% \\ &= 10\% \end{aligned}$$

b. Kunyit

Berat cawan = 65,457 gr

Berat sampel basah + cawan = 75,494 gr

Berat sampel kering + cawan = 75,165 gr

$$\begin{aligned} \% \text{ kadar air kunyit} &= \frac{(75,494 \text{ gr} - 65,457 \text{ gr}) - (75,165 \text{ gr} - 65,457 \text{ gr})}{(75,165 \text{ gr} - 65,457 \text{ gr})} \times 100\% \\ &= 3\% \end{aligned}$$

c. Kencur

Berat cawan = 55,25 gr

Berat sampel basah + cawan = 65,283 gr

Berat sampel kering + cawan = 64,903 gr

$$\begin{aligned} \% \text{ kadar air kencur} &= \frac{(65,283 \text{ gr} - 55,25 \text{ gr}) - (64,903 \text{ gr} - 55,25 \text{ gr})}{(64,903 \text{ gr} - 55,25 \text{ gr})} \times 100\% \\ &= 4\% \end{aligned}$$

d. Lengkuas

Berat cawan = 56,96 gr

Berat sampel basah + cawan = 66,057 gr

Berat sampel kering + cawan = 65,13 gr

$$\begin{aligned} \% \text{ kadar air lengkuas} &= \frac{(66,057 \text{ gr} - 56,96 \text{ gr}) - (65,13 \text{ gr} - 56,96 \text{ gr})}{(65,13 \text{ gr} - 56,96 \text{ gr})} \times 100\% \\ &= 11\% \end{aligned}$$

e. Temukunci

Berat cawan = 53,73 gr

Berat sampel basah + cawan = 63,93 gr

Berat sampel kering + cawan = 63,23 gr

$$\% \text{ kadar air Temukunci} = \frac{(63,93 \text{ gr} - 53,73 \text{ gr}) - (63,23 \text{ gr} - 53,73 \text{ gr})}{(63,23 \text{ gr} - 53,73 \text{ gr})} \times 100\%$$

$$= 7\%$$

7. Perhitungan Kadar Logam Pb dan Cu Dalam Sampel Hasil Destruksi

a. Kadar yang terbaca instrument

No	Pelarut	kadar logam dalam larutan sampel (mg/L)					
		Tembaga			Timbal		
		I	II	III	I	II	III
1	HNO ₃ + HClO ₄ (2:1)	0,091	0,116	0,128	0,109	0,105	0,143
2	HNO ₃ + HClO ₄ (4:1)	0,101	0,102	0,126	0,071	0,065	0,07

b. Kadar sebenarnya

No	Pelarut	kadar logam dalam larutan sampel (mg/kg)					
		Tembaga			Timbal		
		I	II	III	I	II	III
1	HNO ₃ + HClO ₄ (2:1)	4,504	5,742	6,336	5,396	5,25	6,559
2	HNO ₃ + HClO ₄ (4:1)	5,00	5,049	6,237	3,514	3,25	3,465

- Pelarut HNO₃+ HClO₄ (2:1)

Konsentrasi sebenarnya = (konsentrasi hasil pembacaan x Fp) / berat sampel

Kadar logam Tembaga

$$C_{11} = \frac{\left(0,091 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 5 \times 10^{-2} \text{ L}}{1,01 \times 10^{-3} \text{ Kg}} = 4,504 \text{ mg/kg}$$

$$C_{12} = \frac{\left(0,116 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 5 \times 10^{-2} \text{ L}}{1,01 \times 10^{-3} \text{ Kg}} = 5,742 \text{ mg/kg}$$

$$C_{13} = \frac{\left(0,128 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 5 \times 10^{-2} \text{ L}}{1,01 \times 10^{-3} \text{ Kg}} = 6,336 \text{ mg/kg}$$

Kadar logam Timbal

$$P_{11} = \frac{\left(0,109 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 5 \times 10^{-2} \text{ L}}{1,01 \times 10^{-3} \text{ Kg}} = 5,396 \text{ mg/kg}$$

$$P_{12} = \frac{\left(0,105 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 5 \times 10^{-2} \text{ L}}{1,01 \times 10^{-3} \text{ Kg}} = 5,25 \text{ mg/kg}$$

$$P13 = \frac{(0,143 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 7,079 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (4:1)

Kadar logam Tembaga

$$C21 = \frac{(0,101 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 5,00 \text{ mg/kg}$$

$$C22 = \frac{(0,102 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 5,049 \text{ mg/kg}$$

$$C23 = \frac{(0,126 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 6,237 \text{ mg/kg}$$

Kadar logam Timbal

$$P21 = \frac{(0,071 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 3,514 \text{ mg/kg}$$

$$P2 = \frac{(0,065 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 3,250 \text{ mg/kg}$$

$$P3 = \frac{(0,070 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 3,465 \text{ mg/kg}$$

8. Perhitungan Kadar Logam Pb dan Cu Dalam Masing – Masing Sampel Rimpang

- a. Kadar yang terbaca instrument

Jenis Rimpang	Kadar Logam Tembaga (mg/L)			Kadar Logam Timbal (mg/L)		
	1	2	3	1	2	3
Jahe	0,089	0,084	0,086	0,07	0,081	0,079
Kunyit	0,089	0,11	0,102	0,181	0,191	0,178
Kencur	0,096	0,089	0,092	0,205	0,201	0,205
Lengkuas	0,076	0,085	0,085	0,192	0,204	0,203
Temukunci	0,086	0,089	0,084	0,074	0,08	0,079

- b. Kadar sebenarnya

Jenis Rimpang	Kadar Logam Tembaga (mg/kg)			Kadar Logam Timbal (mg/kg)		
	1	2	3	1	2	3
Jahe	4,405	4,117	4,257	3,465	3,970	3,910
Kunyit	4,362	5,392	5,049	8,872	9,362	8,811
Kencur	4,660	4,405	4,509	9,951	9,950	10,049
Lengkuas	3,762	4,25	4,207	9,504	10,2	10,495
Temukunci	4,215	4,405	4,158	3,627	3,960	3,910

- Jahe

Kadar logam Tembaga

$$J11 = \frac{(0,089 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 4,405 \text{ mg/kg}$$

$$J12 = \frac{(0,084 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 4,117 \text{ mg/kg}$$

$$J13 = \frac{(0,086 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 4,257 \text{ mg/kg}$$

Kadar logam Timbal

$$J21 = \frac{(0,07 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 3,465 \text{ mg/kg}$$

$$J22 = \frac{(0,081 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 3,970 \text{ mg/kg}$$

$$J13 = \frac{(0,79 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 3,910 \text{ mg/kg}$$

- Kunyit

Kadar logam Tembaga

$$K11 = \frac{(0,089 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 4,362 \text{ mg/kg}$$

$$K12 = \frac{(0,11 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 5,392 \text{ mg/kg}$$

$$K13 = \frac{(0,102 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 5,049 \text{ mg/kg}$$

Kadar logam Timbal

$$K21 = \frac{\left(0,181 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 8,872 \text{ mg/kg}$$

$$K22 = \frac{\left(0,191 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 9,362 \text{ mg/kg}$$

$$K23 = \frac{\left(0,178 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 8,811 \text{ mg/kg}$$

- Kencur

Kadar logam Tembaga

$$Z11 = \frac{\left(0,096 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,03 \times 10^{-3} Kg} = 4,660 \text{ mg/kg}$$

$$Z12 = \frac{\left(0,089 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 4,405 \text{ mg/kg}$$

$$Z13 = \frac{\left(0,092 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 4,509 \text{ mg/kg}$$

Kadar logam Timbal

$$Z21 = \frac{\left(0,205 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,03 \times 10^{-3} Kg} = 9,951 \text{ mg/kg}$$

$$Z22 = \frac{\left(0,201 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 9,950 \text{ mg/kg}$$

$$Z23 = \frac{\left(0,205 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 9,951 \text{ mg/kg}$$

- Lengkuas

Kadar logam Tembaga

$$L11 = \frac{\left(0,076 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 3,762 \text{ mg/kg}$$

$$L12 = \frac{\left(0,085 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,00 \times 10^{-3} Kg} = 4,25 \text{ mg/kg}$$

$$L13 = \frac{\left(0,085 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 4,207 \text{ mg/kg}$$

Kadar logam Timbal

$$L21 = \frac{\left(0,192 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 9,504 \text{ mg/kg}$$

$$L22 = \frac{\left(0,204 \frac{mg}{L}\right) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,00 \times 10^{-3} Kg} = 10,2 \text{ mg/kg}$$

$$L23 = \frac{(0,203 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 10,049 \text{ mg/kg}$$

- Temukunci

Kadar logam Tembaga

$$T11 = \frac{(0,086 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 4,215 \text{ mg/kg}$$

$$T12 = \frac{(0,089 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 4,405 \text{ mg/kg}$$

$$T13 = \frac{(0,084 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 4,158 \text{ mg/kg}$$

Kadar logam Timbal

$$T21 = \frac{(0,074 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,02 \times 10^{-3} Kg} = 3,627 \text{ mg/kg}$$

$$T22 = \frac{(0,08 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 3,960 \text{ mg/kg}$$

$$T23 = \frac{(0,079 \frac{mg}{L}) \times 5 \times 10^{-2} L}{1,01 \times 10^{-3} Kg} = 3,910 \text{ mg/kg}$$

9. Perhitungan pH campuran setiap variasi komposisi

$$K_a \text{ HNO}_3 : 2,4 \times 10^1 \quad M \text{ HNO}_3 : 14,4 \text{ M}$$

$$K_a \text{ HClO}_4 : 1 \times 10^7 \quad M \text{ HClO}_4 : 11,63 \text{ M}$$

$$\begin{array}{ll} [\text{H}^+] \text{ HNO}_3 & : \sqrt{K_a * M (\text{HNO}_3)} & [\text{H}^+] \text{ HClO}_4 & : \sqrt{K_a * M (\text{HClO}_4)} \\ & : \sqrt{24 * 14,4} & & : \sqrt{10^7 * 11,63} \\ & : 18,6 & & : 10784,25 \end{array}$$

$$[\text{H}^+] \text{ campuran} : \frac{v1[\text{H}^+]_1 + v2[\text{H}^+]_2}{v1+v2}$$

$$[\text{H}^+] \text{ campuran HNO}_3 : \text{HClO}_4 (2:1)$$

$$\frac{(10 * 18,6) + (5 * 10784,25)}{10 + 5} = 3607,15$$

$$\text{pH campuran HNO}_3 : \text{HClO}_4 (2:1)$$

$$:- \log [\text{H}^+]$$

$$:- \log (3607,15) = -3,55$$

$$[\text{H}^+] \text{ campuran HNO}_3 : \text{HClO}_4 (4:1)$$

$$\frac{(12 * 18,6) + (3 * 10784,25)}{10 + 5} = 2171,73$$

pH campuran HNO_3 : HClO_4 (4:1)

: - $\log [\text{H}^+]$

: - $\log (2171,73) = -3,33$



Lampiran 4. Dokumentasi

Sampel Lengkuas



Sampel Kencur



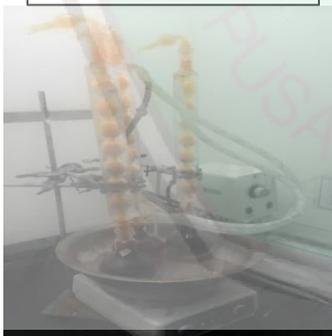
Sampel Jahe



Sampel Temukunci



Sampel Kunyit



Proses Destruksi



Penyaringan Hasil Destruksi



Hasil Destruksi