

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA DAUN BAYAM
(*Amaranthus spp.*) MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
ANISA RESTI
NIM. 12630067



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

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA DAUN BAYAM
(*Amaranthus spp.*) MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
ANISA RESTI
NIM. 12630067

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 LOGAM TIMBAL (Pb) PADA DAUN BAYAM
(*Amaranthus spp.*) MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh:
ANISA RESTI
NIM. 12630067

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal : 24 Agustus 2016

Pembimbing I

Pembimbing II


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


Akyunul Jannah, S.Si M.P
NIP. 19750410 200501 2 009

Mengetahui,

Ketia Jurusan Kimia



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

PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA DAUN BAYAM
(*Amaranthus spp.*) MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh:
ANISA RESTI
NIM. 12630067

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana (S.Si)
Tanggal: 24 Agustus 2016

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

Ketua Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si
NIPT. 20130902 2 317

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

Anggota Penguji : Akyunul Jannah S.Si M.P
NIP. 19750410 200501 2 009

(.....)

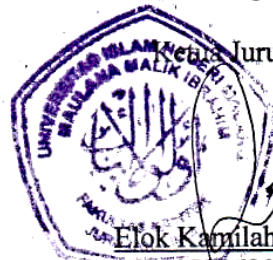
(.....)

(.....)

(.....)

Mengesahkan,

Jurusan Kimia



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

**SURAT PERNYATAAN
ORISINALITAS PENELITIAN**

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Anisa Resti
NIM : 12630067
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) pada Daun Bayam (*Amaranthus spp.*) menggunakan Destruksi Basah secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

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

Malang, 07 September 2016
Yang membuat Pernyataan



Anisa Resti
NIM. 12630067

KATA PENGANTAR



Puji syukur bagi Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, atas segala nikmat dan karuniaNya penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) pada Daun Bayam (*Amaranthus spp.*) menggunakan Destruksi Basah secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan pada Nabi Muhammad SAW. 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, ibu Susi Nurul Khalifah M.Si dan ibu Akyunul Jannah S.Si, M.P selaku dosen pembimbing dan konsultan skripsi, yang telah meluangkan waktu untuk senantiasa membimbing dan memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.
5. Teman-teman kimia angkatan 2012 khususnya kimia B “TEMAN ADALAH” dan Teman - teman “lalap kos”
6. Segenap Laboran jurusan kimia.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari sempurna, kritik dan saran sangat diharapkan. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru dan bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, 07 September 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
LEMBAR ORISINALITAS	iv
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vi
DAFTAR GAMBAR.....	viii
DAFTAR TABEL	ix
DAFTAR LAMPIRAN	x
ABSTRAK	xi
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	7
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Manfaat Masalah.....	8
1.5 Batasan Penelitian	8
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	 9
2.1 Bayam.....	9
2.1.1 bayam Hijau (<i>Amaranthus Tricolor.L</i>).....	10
2.1.2 Bayam Merah (<i>Alternanthera ameona Voss</i>)	10
2.1.3 Serapan Timbal (Pb) Oleh Tanaman	11
2.1.4 Dampak Pencemaran Timbal (Pb) Terhadap Tanaman	13
2.1.5 Analisis Logam Timbal (Pb) dalam berbagai sayuran.....	14
2.2 . Logam Timbal.....	17
2.3Metode Destruksi	20
2.3.1 Destruksi basah Terbuka	22
2.3.2 Destruksi Basah Tertutup (<i>Refluks</i>)	24
2.4 . Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	25
2.5 . Metode Kurva Standar	28
2.6 . Uji <i>Two Way</i> ANOVA.....	29
2.7 . Makanan Halal dan Baik Perspektif Islam	30
 BAB III METODOLOGI PENELITIAN	 34
3.1 . Waktu Dan Tempat Penelitian	34
3.2 . Alat Dan Bahan.....	34
3.2.1 Alat.....	34
3.2.2 Bahan.....	34
3.3 Rancangan Penelitian.....	34
3.4 Tahapan Penelitian	35
3.5 Metode Penelitian	36
3.5.1 Preparasi Sampel	36
3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	
Logam (Pb)	36
3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb).....	36
3.5.4 Preparasi Sampel menggunakan Variasi Destruksi	37
3.5.4.1 Analisis Pb Dalam Sampel Bayam Dengan Menggunakan	
Destruksi Basah (Terbuka) Secara SSA.....	37

3.5.4.2 Analisis Pb dalam Sampel Bayam dengan menggunakan destruksi <i>refluks</i> (tertutup) secara SSA.....	37
3.5.4.3 Analisis Pb Dalam Sampel Bayam Dengan Variasi Komposisi Pendestruksi Secara SSA	38
3.5.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel menggunakan Kurva Standar	39
3.6 Analisis Data	39
3.6.1 Penentuan Linieritas	39
3.6.2 Sensitivitas	40
3.6.3 Akurasi	40
BAB IV PEMBAHASAN.....	41
4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel.....	41
4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	42
4.3 Pembuatan Kurva standard Timbal (Pb).....	44
4.4 Penentuan Metode Destruksi Terbaik	47
4.4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka	48
4.4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup (<i>Refluks</i>)	52
4.5 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik logam Timbal (Pb) dalam Sampel Sayur Bayam	54
4.6 Penentuan Kadar Logam pada Sampel	58
4.7 Makanan Halal dan Baik dalam Tinjauan islam	60
BAB V PENUTUP	65
5.1 Kesimpulan	65
5.2 Saran	65
DAFTAR PUSTAKA.....	66
LAMPIRAN	71

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Bayam Hijau.....	10
Gambar 2.2 Bayam Merah	11
Gambar 2.3 Akumulasi Timbal (Pb) dalam Tubuh Manusia	19
Gambar 2.4 Skema Umum Komponen Pada Alat SSA	27
Gambar 4.1 Sampel Bayam Hasil Preparasi	42
Gambar 4.2 Grafik kurva Standard Logam Timbal (Pb)	45
Gambar 4.3 Grafik Perbandingan Perolehan kadar Timbal Berdasarkan Variasi Metode destruksi dan Zat Pengoksidasi	55
Gambar 4.4 Grafik Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Sayur Bayam...	58

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Empat Kategori Timbal (Pb) dalam Darah Orang Dewasa.....	19
Tabel 2.2 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal (Pb).....	27
Tabel 3.1 Tabel Volume Perbandingan Zat Pengoksidasi	38
Tabel 3.2 Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb).....	39
Tabel 4.1 Kadar logam Timbal (Pb) dalam larutan sampel menggunakan Destruksi Basah terbuka menggunakan SSA	51
Tabel 4.2 Kadar logam Timbal (Pb) dalam larutan sampel menggunakan Destruksi Basah Tertutup (<i>Refluks</i>) menggunakan SSA.....	53
Tabel 4.3 Hasil Uji <i>Two Way</i> ANOVA Pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi terhadap Kadar Logam Pb dalam Sayur Bayam	57

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	71
Lampiran 2. Skema Kerja	72
Lampiran 3. Perhitungan dan Pembuatan Larutan	75
Lampiran 4. Dokumentasi.....	87
Lampiran 5. Hasil Kadar dari SSA	89
Lampiran 6. Hasil Statistik <i>Two Way</i> ANOVA	90
Lampiran 7. Hasil Uji BNT (Beda Nyata Terkecil)	94



ABSTRAK

Resti, A. 2016. **Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Daun Bayam (*Amaranthus spp.*) Menggunakan Metode Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Akyunul Jannah, S.Si M.P.

Kata Kunci : Bayam, Timbal, Destruksi, SSA

Bayam yang dijual di pasaran terdapat cemaran logam berat yang disebabkan oleh sumber pencemar dari industri, transportasi, tempat tumbuhnya seperti tanah, udara, dan bahan tambahan lainnya. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik untuk penentuan logam timbal (Pb) dalam sampel daun bayam menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dan mengetahui apakah kadar timbal (Pb) pada sampel bayam sudah memenuhi standart SNI.

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory*, yang meliputi: pemilihan sampel yang menggunakan bayam jenis merah dan hijau yang dijual di pasar modern. Metode destruksi yang digunakan ialah destruksi basah terbuka; dan destruksi basah tertutup (refluks), dengan variasi zat pengoksidasi HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:3); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:5); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:8). Penentuan kadar logam timbal (Pb) diukur menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Penelitian ini didukung oleh uji *two way* ANOVA. Kadar timbal (Pb) terukur yang paling tinggi dari metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik selanjutnya digunakan untuk menentukan kadar timbal (Pb) pada masing-masing jenis bayam.

Hasil penelitian didapatkan metode destruksi terbaik adalah destruksi basah dengan zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) dengan rata-rata kadar logam timbal (Pb) terukur 13,451 mg/kg sedangkan hasil dari *two way* ANOVA menunjukan F hitung (29,757) > F tabel (1,699) yaitu data diterima. Selanjutnya untuk kadar timbal (Pb) pada jenis bayam merah yaitu 10,144 mg/kg sedangkan bayam hijau sebesar 10,518 mg/kg. Kadar logam timbal (Pb) dalam Daun Bayam yang telah dianalisis melebihi ambang batas yang telah ditentukan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) yaitu sebesar 0,5 mg/kg.

ABSTRACT

Resti. 2016. **Determination of Lead (Pb) in Spinach Leaf using Wet Digestion Methode through Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)**. Thesis. Chemistry Departement, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Supervisor II: Akyunul Janah S.Si. M.P

Keywords: spinach, Lead, Digestion, AAS

Spinach which sold in the market contain of heavy metal contamination caused by pollutants from industrial sources, transportation, factors where the growth place are land, air, and additional materials such as fertilizers and pesticides. This aims of this research are to determine the method of destruction and the best oxidising agent for determination of lead (Pb) in a spinach sample using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS) and determine whether the concentration of lead (Pb) in spinach samples already qualified the SNI standard.

Type of research which carried out is experimental laboratory includes: selection of the samples using red Spinach types and green Spinach types that is sold in the modern market. Destruction method which used are opened wet digestion and closed wet destruction (reflux), with a variation of the oxidizing agent HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:3); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:5); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:8);. Determination of lead (Pb) were measured using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). This research supported by *two way* ANOVA. The highest measured Concentration of lead (Pb) from destruction methods and the best oxidizing agent then used to determine the lead (Pb) concentration in each types.

The result of research showed the best destruction method is wet digestion with an oxidizing agent $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1: 1) mixture with an average the measured content of lead (Pb) is 13.451 mg/kg, While result from *two way* ANOVA. $F_{\text{calt}} (29,757) > F_{\text{table}} (1,699)$ show that data is received. Then, for the lead (Pb) concentration of the red spinach type is 10.144 mg / kg, while green spinach to 10.518 mg/kg. The lead (Pb) concentration in Spinach which has been analyzed exceeds the threshold that set by the Indonesian National Standard (SNI) that is 0.5 mg/kg.

الملخص

رستي، ٢٠١٦.١. تحديد مستويات الرصاص المعادن (الرصاص) والسبانخ الخضار (*Amaranthus* النيابة). ويت تدمير الطريقة عن طريق جهاز في الامتصاص الذري (SSA). أطروحة. قسم الكيمياء، كلية العل وم والتكنولوجيا في جامعة الدولة الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: ديانا كاندرا ديوي، M.Si. المشرف الثاني: أعين الجنة، S.Si M.P.

كلمات البحث: السبانخ الخضار والرصاص والدمار، SSA

السبانخ يباع في السوق السبانخ من التلوث بالمعادن الثقيلة التي تسببها الملوثات من المصادر الصناعية والنقل، حيث تنمو مثل التربة والهواء، والمواد التكميلية الأخرى. وتهدف هذه الدراسة إلى تحديد طريقة التدمير وأفضل مؤكسد لتحديد الرصاص المعدني (الرصاص) في عينة من السبانخ باستخدام القياس الطيفي للامتصاص الذري (AAS) وتحديد ما إذا كانت مستويات الرصاص (رصاص) في عينات من السبانخ تلبية بالفعل القياسي SNI.

النوع من الدراسات المخبرية التجريبية، والتي تشمل: عينات اختيار السبانخ باستخدام أنواع الحمراء والخضراء التي تباع في الأسواق الحديثة. طريقة التدمير المستخدم هو الهضم الرطب المفتوحة؛ وتدمير المغلقة الرطب (الجزر)، مع اختلاف عامل مؤكسد حمض النترات. حمض النترات + حمض البيركليك (١ : ١)؛ حمض النترات + حمض البيركليك (٣ : ١)؛ حمض النترات + حمض البيركليك (٨ : ١)؛ تم قياس تقرير الرصاص المعدني (الرصاص) باستخدام القياس الطيفي للامتصاص الذري (AAS). وأيد هذا البحث من قبل اتجاهين أنوفا الاختبار. مستويات الرصاص (الرصاص) قياس أعلى من طرق التدمير وكيل القادم أفضل المؤكسدة المستخدمة لتحديد مستوى الرصاص (رصاص) في كل نوع من أنواع السبانخ.

أظهرت نتيجة طريقة التدمير هو الأفضل لتدمير الرطب مع خليط عامل مؤكسد حمض النترات + حمض البيركليك (١ : ١) مع متوسط المحتوى من الرصاص المعدني (الرصاص) قياس ١٣،٤٥١ ملغ / كغ في حين أن نتائج اتجاهين أظهر أنوفا F الحساب (٢٩،٧٥٧) $F < (٠،١٦٩٩)$ أي استلام البيانات. وعلاوة على ذلك، إلى مستويات الرصاص (رصاص) على نوع من السبانخ الأحمر هو ١٠،١٤٤ ملجم / كجم بينما بلغ السبانخ الخضراء إلى ١٠،٥١٨ ملغ / كغ. وقد تم تحليل المحتوى المعدني من الرصاص (رصاص) في السبانخ الخضار يتجاوز العتبة المحددة من قبل ستاندرد الوطنية الإندونيسية (SNI) التي تساوي ٠،٥ ملغم / كغم.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Makanan yang sehat dan bergizi merupakan syarat utama untuk memperoleh kondisi tubuh yang sehat dan prima. Kualitas makanan yang baik mempunyai beberapa faktor yang berpengaruh, salah satu diantaranya yaitu tempat memperolehnya. Hal ini juga telah dijelaskan oleh Allah SWT dalam firman-Nya pada surat Al-baqarah ayat 168:

يَا أَيُّهَا النَّاسُ كُلُوا مِمَّا فِي الْأَرْضِ حَلَالًا طَيِّبًا وَلَا تَتَّبِعُوا خُطُوَاتِ الشَّيْطَانِ إِنَّهُ لَكُمْ عَدُوٌّ مُبِينٌ ١٦

Artinya:

“Hai sekalian manusia, makanlah yang halal lagi baik dari apa yang terdapat di bumi, dan janganlah kamu mengikuti langkah-langkah syaitan; karena sesungguhnya syaitan itu adalah musuh yang nyata bagimu (168)”.

Ayat di atas menegaskan bahwa Islam telah memberi petunjuk pada umatnya agar dalam pemenuhan kebutuhan primer ada batasan supaya kita memakan makanan yang halal dan baik. Allah telah menjelaskan dengan sangat jelas dalam ayat di atas, bahwa kita boleh memakan segala yang ada di atas bumi asalkan halal dan baik (bergizi) bagi tubuh manusia. Makna halal dan baik pada ayat tersebut adalah halal dan baik pada proses memperolehnya serta halal dan baik pada bahan-bahan yang dikonsumsi. Makanan halal merupakan makanan yang tidak dilarang oleh syariat Islam sedangkan makanan yang baik adalah makanan yang tidak membahayakan apabila dikonsumsi. Salah satu penyebab makanan menjadi

berbahaya apabila dikonsumsi karena adanya cemaran logam berat seperti logam timbal (Pb) pada sayuran bayam.

Bayam merupakan jenis tanaman penting bagi kesehatan karena mempunyai banyak kandungan zat gizi alami seperti vitamin, mineral, dan antioksidan. Kandungan gizi dan serat alami dalam sayuran akan menjaga kesehatan serta melancarkan saluran pencernaan. Hal ini memudahkan sisa-sisa metabolisme yang tidak berguna keluar dari tubuh sehingga tidak mengendap dan menimbulkan penyakit (Widaningrum, 2007).

Sayur bayam yang dijual dipasaran diindikasikan mengandung cemaran logam timbal (Pb) (Cahyadi, 2004). Penelitian tentang kadar timbal (Pb) pada sayur bayam yang dijual di pasar tradisional dan pasar modern menunjukkan hasil positif kontaminasi timbal (Pb) telah melebihi batas maksimal kadar cemaran logam yang ditetapkan oleh BPOM dimana tidak ada perbedaan kadar logam timbal (Pb) antara bayam yang dijual di pasar tradisional dengan pasar modern (Jaimin, 2011).

Menurut SNI 7387 : 2009, batas maksimum cemaran logam berat timbal (Pb) dalam sayuran adalah 0,5 mg/Kg Sedangkan untuk buah yaitu 1,0 mg/Kg. Hal ini tentu saja harus diwaspadai, karena cemaran timbal dapat mengurangi kualitas sayur-sayuran atau buah-buahan yang dikonsumsi dan akan berbahaya bagi kesehatan masyarakat apabila cemaran tersebut melewati batas toksiknya. Seperti halnya pada penelitian tentang kandungan logam timbal pada buah tomat menggunakan SSA, hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi logam timbal (Pb) telah melewati ambang batas yaitu sebesar 1,0725 mg/Kg (Sanra, dkk., 2015).

Pencemaran logam berat seperti Timbal (Pb) pada sayur berasal dari penggunaan pupuk, pestisida, serta polusi udara dapat menurunkan kandungan vitamin dan unsur mineral yang diperlukan oleh tubuh. Selain itu, pencemaran logam timbal juga berasal dari sisa pembakaran bahan bakar kendaraan bermotor yang akan membentuk partikulat dan diserap oleh tumbuh-tumbuhan di pinggir jalan. Senyawa timbal yang terlepas ke udara sebagai aerosol, oleh adanya angin dan hujan dapat jatuh ke tanah. Oleh karena itu, tanah juga dapat mengalami pencemaran timbal yang berasal dari bensin (Palar, 1994; Mustafa dkk., 1991).

Pencemaran logam timbal (Pb) dapat menyebabkan gangguan kesehatan seperti diare, mual, muntah, sakit kepala, bahkan kondisi terparah yaitu kematian (Almatsier, 2004). Sesuai dengan hasil penelitian kadar timbal (Pb) dalam spesimen darah tukang becak mesin di kota pematang siantar dan beberapa faktor yang berhubungan, dengan sampel 96 orang tukang becak mesin. Hasil yang diperoleh 8 orang (8,3%) kategori normal, 34 orang (53%) kategori toleransi, 40 orang (41,7%) kategori berlebih, dan 14 orang (14,6%) dalam kategori berbahaya. Dengan keluhan kesehatan yang dialami seperti susah tidur, sering bingung, pikiran kacau, konsentrasi berkurang dan daya ingat menurun (Indra, dkk., 2005).

Akumulasi logam timbal (Pb) pada daun lebih tinggi bila terpapar asap kendaraan dengan jarak yang lebih dekat dan waktu pemaparan yang lebih lama (Mardja, 2000). Bukan hanya itu, pencemaran Pb berasal dari kendaraan bermotor juga diperoleh dalam sayur kangkung dan bayam yang ditanam dekat dengan jalan raya. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa sayur bayam memiliki kandungan logam Pb lebih tinggi jika dibandingkan dengan sayur kangkung yaitu sebesar 0,4234 mg/Kg (Erdayanti, 2015). Penelusuran literatur juga membuktikan bahwa

bayam berpotensi sebagai tanaman hiperakumulator ion logam Timbal (Pb). Konsentrasi ion logam Pb dapat diketahui dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Hasil penelitian menunjukkan akumulasi ion logam Pb pada bayam yaitu sebesar 506,20 mg/Kg bobot kering (Dwinata, 2015).

Pencemaran logam Pb terhadap tanaman dapat memberikan efek negatif pada klorofil karena sebagian besar diakumulasi oleh organ tanaman, seperti akar, batang, daun dan tanah disekitar tanaman. Penyerapan Pb pada daun bayam meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi tiap logam berat didalam media tumbuhnya. Pada penelitian tentang Cd, Ni dan Pb pada daun bayam menunjukan hasil bahwa penyebaran konsentrasi Cd, Ni dan Pb masing-masing sebesar 11,49; 7,31; dan 35,52 mg/Kg, hasil ini menunjukan bahwa konsentrasi tertinggi pada daun bayam adalah logam timbal (Irwan, dkk., 2008).

Analisis logam timbal (Pb) diperlukan preparasi sampel dengan cara destruksi. Metode destruksi digunakan untuk menghilangkan efek matriks pada sampel, maka dalam pendestruksian hendaknya memilih zat pengoksidasi yang cocok baik untuk logam maupun jenis makanan yang akan dianalisis. Ada 2 macam metode destruksi basah yang dilakukan dalam percobaan kali ini, yaitu: destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup menggunakan *refluks* (Muchtadi, 2009).

Destruksi basah adalah perombakan logam organik dengan menggunakan asam kuat, baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi menggunakan zat oksidator sehingga dihasilkan logam anorganik bebas. Pelarut yang digunakan adalah HNO_3 dan HClO_4 . pelarut-pelarut tersebut dapat digunakan secara tunggal maupun campuran (Raimon, 1993). Destruksi basah mempunyai keunggulan

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

Destruksi basah digunakan untuk perombakan sampel organik dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran seperti HNO_3 , H_2O_2 , dan HClO_4 dengan pemanasan sampai jernih. Selain itu, metode destruksi untuk menganalisis logam berat dalam sampel juga sering menggunakan *refluks*. Jenis destruksi ini dilengkapi dengan kondensor serta sistem yang tertutup, sehingga uap yang dihasilkan tidak keluar dari sistem (Muchtadi, 2009).

Variasi metode destruksi yaitu destruksi basah dan destruksi kering telah dilakukan pada penelitian tentang penentuan kadar kalsium dan kadar besi didalam buah apel. Destruksi basah menggunakan campuran asam pekat HNO_3 dan HClO_4 dengan perbandingan 1:1 Sedangkan destruksi kering menggunakan aqua regia 3:1. Hasil analisis menunjukkan bahwa destruksi basah memberikan hasil yang lebih tinggi yaitu kadar kalsium sebesar 380-580 $\mu\text{g/g}$, sedangkan kadar besi 43-110 $\mu\text{g/g}$ (Anum, 2009).

Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) kadmium (Cd), dan nikel (Ni) dalam bayam, tomat, dan kembang kol pada tanah yang tercemar limbah industri dianalisis menggunakan metode destruksi basah, dengan campuran asam zat pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 dalam rasio 5:1. Didapatkan konsentrasi Pb berturut-turut yaitu bayam, tomat, dan kembang kol dengan rentang konsentrasi Pb (0,767-1,440), (1,027-1,968), (0,486-1,119). Dari hasil tersebut dapat dinyatakan

ketiga sampel tersebut telah tercemar yang melampaui ambang batas SNI (Naser, *et al.*, 2009).

Penelitian mengenai penentuan dampak kadmium (Cd) dan Timbal (Pb) pada pertumbuhan dan hasil panen wortel (*Daucus carota*) dengan metode destruksi basah secara spektroskopi serapan atom (SSA) menggunakan campuran asam zat pengoksidasi HNO_3 dan HClO_4 dengan rasio 3:1. Menghasilkan konsentrasi Cd dimulai dari 0,008 – 0,0059 sedangkan konsentrasi akumulasi Pb dimulai dari 0,001 - 0,016 (Malik, *et al.*, 2014).

Pemilihan zat pengoksidasi terbaik pada analisis kandungan logam berat seperti logam timbal (Pb) pada sampel sangat penting. Apabila zat pengoksidasi yang terbaik digunakan, maka dalam menganalisis kandungan logam timbal (Pb) pada sampel tersebut juga akan maksimal. Penggunaan variasi jenis zat pengoksidasi terhadap kadar logam berat seperti timbal (Pb) sangat berpengaruh terhadap hasil analisis (Azizah, dkk., 2014).

Penentuan logam berat menggunakan destruksi *refluks* juga telah dilakukan pada penelitian tentang kandungan timbal (Pb) pada coklat batang menggunakan spektroskopi serapan atom (SSA). Kelebihan destruksi *refluks* yaitu meminimalisir kehilangan analit berupa logam yang volatil, sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi (Hidayat, 2015).

Spektroskopi serapan atom (SSA) digunakan dalam analisis ini karena metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Teknik ini mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan metode spektroskopi emisi konvensional. Metode serapan sangatlah spesifik, logam-logam yang membentuk

campuran kompleks dapat dianalisis dan selain itu tidak selalu diperlukan sumber energi yang besar (Khopkar, 2007).

Berdasarkan uraian di atas, penelitian ini dilakukan untuk menentukan kadar timbal (Pb) dalam sampel daun bayam dengan menggunakan metode destruksi basah terbuka dan tertutup dengan variasi zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO_3 65% + HClO_4 70% (1:1); HNO_3 65% + HClO_4 70% (3:1); HNO_3 65% + HClO_4 70% (5:1); HNO_3 65% + HClO_4 70% (8:1) dan HNO_3 65%. secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Penggunaan destruksi basah ini bertujuan untuk mendapatkan hasil analisis logam yang maksimal dan efisien. Hal ini dikarenakan metode destruksi dan zat pengoksidasi akan mempengaruhi hasil serapan logam pada sampel yang akan dianalisis.

1.2 Rumusan Masalah

1. Apakah jenis metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel daun bayam menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ?
2. Apakah kadar timbal (Pb) dalam sampel daun bayam sudah memenuhi standar SNI ?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Mengetahui metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam (Pb) pada sayur bayam dengan menggunakan metode Spektroskopi serapan atom (SSA).
2. Apakah kadar timbal (Pb) dalam sampel daun bayam sudah memenuhi standart SNI.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Mengetahui metode destruksi basah dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) pada sayur bayam menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Memberikan informasi kepada masyarakat tentang kandungan logam (Pb) pada sayur bayam yang memenuhi standart SNI.

1.5 Batasan Masalah

1. Sampel yang digunakan adalah sayur bayam Hijau (*Amaranthus tricolor*) dan bayam merah (*Alternanthera ameona Voss*) yang dijual di pasar modern daerah Malang.
2. Bagian bayam yang digunakan yaitu pada bagian daun.
3. Metode yang digunakan adalah metode destruksi terbuka (destruksi basah) serta destruksi tertutup menggunakan refluks.
4. Zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO_3 65% + HClO_4 p.a (1:1); HNO_3 65% + HClO_4 p.a (3:1); HNO_3 65% + HClO_4 p.a (5:1); HNO_3 65% + HClO_4 p.a (8:1); dan HNO_3 65%.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bayam

Menurut Supriatna (2007) Bayam adalah salah satu jenis tanaman daun yang dapat tumbuh didataran rendah maupun tinggi, dan berbentuk tumbuhan semak. Tanaman bayam berasal dari daerah Amerika tropik, bayam merupakan tanaman sayuran yang dikenal dengan nama ilmiah *Amaranthus* spp. Kata “*maranth*” dalam bahasa Yunani berarti “*everlasting*” (abadi). Tanaman bayam pada mulanya hanya digunakan sebagai tanaman hias, namun dalam masa perkembangan selanjutnya tanaman bayam dipromosikan sebagai bahan pangan sumber protein. Bayam merupakan salah satu sayuran yang paling bergizi. Bayam bermanfaat mencegah berbagai penyakit karena melindungi dan memperkuat tubuh melalui berbagai cara (Sellby, 2010).

Tanaman bayam biasanya ditemukan tumbuh liar di tepi jalan, pekarangan yang tidak terawat, ladang, kebun, dan lain-lain. Tanaman bayam memerlukan cahaya matahari penuh, kebutuhan sinar matahari akan tanaman bayam cukup besar. Kelembaban udara yang cocok untuk tanaman bayam antara 40 - 60% dan suhu udara yang cocok untuk tanaman bayam berkisar antara 16 - 20°C. Bayam cocok ditanam didataran rendah sampai dataran tinggi. Pertumbuhan dan produksi tanaman dapat mencapai hasil maksimal jika dibudidayakan ditempat yang terbuka dengan kondisi tanah yang subur dan gembur (Rukmana, 2005).

2.1.1 Bayam Hijau (*Amaranthus Tricolor.L*)

Bayam hijau adalah jenis bayam yang biasa dikonsumsi masyarakat. Bentuk daunnya yang kecil dan lembut sangat digemari oleh masyarakat, bayam ini juga disebut bayam cabut (*Amaranthus Tricolor. L*). Juga ada bayam berdaun lebar, tebal dan agak liat yang disebut bayam tahunan (*Amaranthus Hybridus.L*) (Lingga, 2010).



Gambar 2.1 Bayam Hijau (sumber: lingga, 2010)

Menurut klasifikasi dalam tata nama (sistematika) tumbuhan, tanaman

bayam Hijau termasuk kedalam :

Divisio : Spermatophyta (Menghasilkan biji)
 Sub Divisio : Angiospermae
 Kelas : Dicotyledoneae
 Famili : Amaranthaceae
 Genus : *Amaranthus*
 Spesies : *Amaranthus tricolor* L. (Saparinto, 2013).

2.1.2 Bayam Merah (*Alternanthera ameona Voss*)

Menurut Sunarjono (2014) Tanaman bayam merah memiliki ciri berdaun tunggal, ujungnya meruncing, lunak, dan lebar. Batangnya lunak dan berwarna putih kemerah-merahan. Bunga bayam merah ukurannya kecil muncul dari ketiak daun dan ujung batang pada rangkaian tandan. Buahnya tidak berdaging, tetapi bijinya banyak, sangat kecil, bulat, dan mudah pecah. Tanaman ini memiliki akar tunggang dan berakar samping. Akar sampingnya kuat dan agak dalam. Tanaman

ini berbentuk perdu atau semak. Bayam merah memiliki banyak manfaat karena mengandung vitamin A dan C, sedikit vitamin B, kalsium, fosfor, dan besi. Selain itu bayam jenis ini juga bisa dicampurkan sebagai pewarna makanan alami. Manfaat utama bayam merah adalah memperlancar sistem pencernaan, menurunkan resiko terkena kanker, mengurangi kolesterol, dan anti diabetes (Purwaningsih, 2007).



Gambar 2.2 Bayam Merah (Sumber: Purwaningsih, 2007)

Menurut klasifikasi dalam tata nama (sistematika) tumbuhan, tanaman

bayam merah termasuk ke dalam :

Klasifikasi Kingdom : Plantae (Tumbuhan)

Subkingdom : Tracheobionta (Tumbuhan berpembuluh)

Super Divisi : Spermatophyta (Menghasilkan biji)

Divisi : Magnoliophyta

Kelas : Magnoliopsida

Sub Kelas : Hamamelidae

Ordo : Caryophyllales

Famili : Amaranthaceae

Genus : *Amaranthus*

Spesies : *Alternanthera Amoena Voss.* (Saparinto, 2013).

2.1.3 Serapan Timbal (Pb) Oleh Tanaman

Serapan Pb pada tanaman terdapat dua jalan kedalam tanaman yaitu, melalui akar dan daun. Masuknya partikel Pb kedalam jaringan daun bukan karena Pb diperlukan tanaman, tetapi hanya sebagai akibat ukuran stomata daun yang cukup besar dan ukuran partikel Pb yang relatif kecil dibanding ukuran stomata. Bioakumulasi Pb terhadap daun

pada tanaman akan lebih banyak terjadi pada tanaman dipinggir jalan besar yang padat kendaraan besar yang padat kendaraan bermotor (Siregar, 2005).

Partikel Pb yang menempel pada daun jika bergabung dengan uap air atau air hujan (gerimis) akan membentuk kerak yang tebal pada permukaan daun yang tidak dapat dibilas oleh air hujan kecuali menggosoknya. Lapisan kerak tersebut akan mengganggu berlangsungnya proses fotosintesis pada tanaman karena menghambat masuknya sinar matahari ke permukaan daun dan mencegah adanya pertukaran CO₂ dengan atmosfer. Akibatnya, pertumbuhan tanaman akan terganggu (Kristanto, 2002).

Masuknya Pb ke sistem tanaman akan diikat oleh membran- membran sel, mitokondria dan kloroplas. Pencemaran juga dapat menyebabkan terjadinya kerusakan yang tersembunyi pada tumbuhan, misalnya penurunan kemampuan tanaman dalam menyerap air, pertumbuhan yang lambat atau pembusukan stomata yang tidak sempurna (Siregar, 2005).

Kandungan Pb pada daun dibedakan menjadi dua, yaitu Pb terjerap dan terserap. Pb terjerap adalah Pb yang hanya menempel di atas permukaan daun, apabila turun hujan dapat tercuci oleh air hujan dan tidak merusak anatomi daun, sehingga apabila tercuci air hujan akan masuk dalam tanah. Pb terserap adalah Pb yang sulit dipisahkan oleh jaringan daun melalui proses pencucian biasa karena kandungan Pb-nya berada dalam anatomi daun, sehingga menyebabkan rusaknya struktur anatomi daun (Siregar, 2005).

2.1.4 Dampak Pencemaran Timbal (Pb) Terhadap Tanaman

Penyerapan melalui akar terjadi jika Pb dalam tanah terdapat dalam bentuk terlarut, sedangkan masuknya partikel Pb dalam jaringan daun disebabkan oleh ukuran stomata yang cukup besar dan ukuran partikel yang jauh lebih kecil dari celah stomata (Ariestanti, 2002).

Logam berat Pb yang terserap dalam tanaman akan terakumulasi dalam jaringan tanaman dan dapat menyebabkan kerusakan pada tanaman. Banyaknya

pencemar yang masuk ke dalam jaringan daun tanaman sesuai dengan jenis, konsentrasi pencemar di udara dan lamanya selang waktu pembukaan stomata akan menentukan tingkatan kerusakan tanaman. Jenis tanaman yang mempunyai kemampuan menyerap Pb lebih besar adalah tanaman yang memiliki daun yang permukaan kasar, ukuran daunnya lebih lebar dan berbulu. Adapun akumulasi Pb pada daun adalah melalui permukaan daun yaitu pada saat stomata terbuka pada waktu siang hari (Antari, dkk., 2002).

Logam berat secara keseluruhan dapat berpotensi mencemari tumbuhan. Gejala akibat pencemaran logam berat yaitu klorosis, nekrosis pada ujung dan sisi daun serta busuk daun yang lebih awal. Mekanisme pencemaran logam secara biokimia pada tumbuhan yang dapat menyebabkan dampak negatif pada substansi dari berbagai fungsi fisiologi, yang terbagi ke dalam enam proses :

- a. Logam mengganggu fungsi enzim
- b. Logam sebagai anti metabolit
- c. Logam membentuk lapisan endapan yang stabil (kelat) dengan metabolit esensial
- d. Logam sebagai katalis dekomposisi pada metabolit esensial
- e. Logam mengubah permeabilitas membran sel
- f. Logam menggantikan struktur dan elektrokimia unsur yang paling penting dalam sel

Faktor - faktor yang mempengaruhi kadar Pb dalam tanaman yaitu jangka waktu tanaman yaitu jangka waktu tanaman kontak dengan Pb, kadar Pb dalam tanah, morfologi dan fisiologi tanaman, umur tanaman dan faktor yang mempengaruhi areal seperti banyaknya tanaman penutup serta jenis tanaman

disekeliling tanaman tersebut. Pencemaran dapat menyebabkan terjadinya kerusakan fisik. Kerusakan tersembunyi dapat menyebabkan penurunan kemampuan tanaman dalam menyerap air, pertumbuhan yang lambat atau pembukaan yang tidak sempurna (Siregar, 2005).

2.1.5 Analisis logam Timbal (Pb) dalam Berbagai Sampel Sayuran

Efek logam berat dapat berpengaruh langsung hingga terakumulasi pada rantai makanan walaupun pada konsentrasi yang sangat rendah. Logam berat tersebut dapat ditransfer dalam jangkauan yang sangat jauh sehingga akhirnya berpengaruh terhadap kesehatan manusia. Beberapa logam berat yang dapat mencemari lingkungan dan bersifat toksik adalah krom (Cr); perak (Ag); kadmium (Cd); timbal (Pb); seng (Zn); merkuri (Hg); tembaga (Cu); besi (Fe); molibdat (Mo); nikel (Ni); timah (Sn); kobalt (Co) dan unsur-unsur yang termasuk ke dalam logam ringan seperti arsen (As); aluminium (Al); dan selenium (Se) (Nuzula, 2004).

Tanaman dapat menyerap logam berat dari media tanah maupun udara yang telah tercemar karena tanaman memiliki kemampuan untuk menyerap unsur mineral termasuk logam berat. Melalui rantai makanan akan terjadi pemindahan dan peningkatan kadar logam berat pada tingkat trofik (pemangsa) yang lebih tinggi. Manusia sebagai konsumen hasil tanaman, baik jenis biji-bijian misalnya beras dan jagung, daun misalnya bayam dan kangkung, maupun umbi misalnya ketela dan ubi, dapat mengambil logam berat melalui rantai makanan ini. Dalam tubuh logam berat akan terakumulasi sehingga kadarnya dapat lebih tinggi daripada kadar logam berat tersebut pada sumbernya. Hal ini membahayakan

kesehatan manusia karena dapat menyebabkan toksisitas kronis bila dikonsumsi terus-menerus (Ratnaningsih, 2004).

Penelitian tentang cemaran timbal pada tomat menggunakan SSA, telah melewati ambang batas pada jarak tanam 3,5 meter dari pinggir jalan raya yaitu sebesar 1,0725 mg/Kg. Sumber cemaran timbal ini berasal dari asap kendaraan bermotor yang melewati jalan di sepanjang kebun tersebut, membuktikan bahwa terdapat cemaran timbal yang melewati batas aman seperti yang bahwa seperti yang disyaratkan oleh Standar Nasional Indonesia 7387 - 2009 yaitu 0,5 mg/Kg. Hal ini tentu saja harus diwaspadai, karena cemaran timbal dapat mengurangi kualitas sayur-sayuran atau buah-buahan yang dikonsumsi dan akan berbahaya bagi kesehatan masyarakat apabila cemaran tersebut melewati batas toksiknya (Sanra, dkk., 2015).

Logam Cd, Ni, dan Pb pada daun bayam meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi tiap logam berat di dalam media tumbuh dan pengaruhnya terhadap komponen pertumbuhan bayam yang terdiri dari jumlah daun, tinggi tanaman, diameter batang, penampilan daun, dan bobot kering masing-masing bagian akar, batang, dan daun. Hasil penelitian menunjukkan komponen pertumbuhan jumlah daun, tinggi tanaman, diameter batang, bobot kering daun tidak berbeda secara signifikan setelah pemberian logam. Akan tetapi memberikan pengaruh nyata terhadap penurunan bobot kering akar dan batang bayam. Dimana daun merupakan Penyerapan logam Pb tertinggi dengan Penyebaran konsentrasi rata-rata Cd, Ni, dan Pb pada daun 11,49; 7,31; dan 35,52 ppm. (Irwan, dkk., 2008).

Pengujian cemaran logam berat Timbal (Pb) pada tanaman caisin (*Brassica juncea* L.) dengan membandingkan dua lokasi yaitu yang ada di lokasi ramai dan lokasi sepi. Analisis ini dilakukan dengan menggunakan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 283,3 nm. Dari hasil analisis tanaman caisin (*Brassica juncea* L.) didapatkan cemaran Pb pada lokasi ramai 4,88 ppm dan lokasi sepi 4,79 ppm. Kadar tersebut melebihi nilai yang ditetapkan oleh BPOM tahun 1989 melebihi batas yang diperbolehkan, yaitu 2 ppm sebagai baku mutu sayuran (Atikah, dkk., 2012).

Analisis kandungan Logam Berat Timbal dalam Daun dan Kulit Kayu Tanaman Kayu Manis (*Cinnamomum burmani*) pada Sisi Kiri Jalan Tol Jagorawi yaitu didapatkan hasil konsentrasi timbal yang terdapat dalam daun tanaman kayu manis (*C. burmani*) yang tumbuh di sisi kiri jalan tol Jagorawi rata-rata sebesar 7,957 ppm. Konsentrasi timbal yang terdapat dalam kulit kayu tanaman kayu manis yang tumbuh di sisi kiri jalan tol Jagorawi rata-rata sebesar 19,59 ppm. kandungan timbal dalam daun maupun kulit kayu tanaman kayu manis yang tumbuh di sisi kiri jalan tol Jagorawi tersebut telah jauh melampaui baku mutu timbal yang di bolehkan dalam bahan makanan (SK Ditjen POM No. 03725/B/SK/VII/89) sehingga tidak aman untuk dikonsumsi yaitu 2 ppm (Rangkuti, 2003).

Penelitian mengenai kadar logam berat timbal (Pb) kadmium (Cd), dan nikel (Ni) dalam bayam, tomat, dan kembang kol pada tanah yang tercemar limbah industri dengan metode destruksi basah, menggunakan campuran asam zat pengoksidasi HNO₃ dan HClO₄ dalam rasio 5: 1 secara spektroskopik serapan atom (SSA). Konsentrasi timbal lebih tinggi pada tomat, diikuti oleh bayam dan

kembang kol. Sedangkan konsentrasi Kadmium dan konsentrasi Ni dengan urutan bayam > tomat > kembang kol > tanah yang tercemar limbah industri. Urutan unsur-unsur dalam bayam, tomat, dan kembang kol dan rentang konsentrasi dalam $\mu\text{g/g}$ yaitu Ni (1,265-5,369), (2,031-4,957), (1,698-4,447); Pb(0,767-1,440),(1.027-1,968), (0,486-1,119); dan Cd (0,559-1,40), (0,630-1,303), (0,506-0,782), masing-masing (Naser, *et.al*, 2010).

Penentuan akumulasi logam Pb dan kadar debu juga telah dilakukan dengan sampel daun angkana (*Pterocarpus indicus*) dan rumput gajah mini (*Axonopus.sp*) menggunakan campuran asam zat pengoksidasi 10 ml HNO_3 dan 2 - 4 ml HClO_4 dan dianalisa menggunakan alat spektroskopi serapan atom (SSA). Untuk penentuan kadar debu menggunakan teknik gravimetri. Hasil analisis menunjukkan bahwa daun angkana dan rumput gajah mampu menyerap kandungan Pb dan debu dengan hasil analisis didapatkan sebesar 0,5-3,0 $\mu\text{g/g}$. Pada penelitian ini daun angkana dan rumput gajah mini hasil penelitian tidak mencapai 1000 ppm ($\mu\text{g/g}$). Hal ini berarti daun angkana dan rumput gajah mini belum melampaui ambang batas toksisitas terhadap tanaman (Inayah, Las, & Yunita, 2010).

2.2 Logam Timbal (Pb)

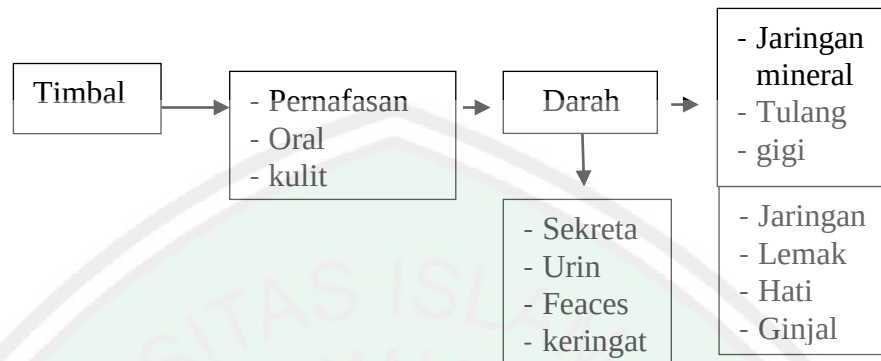
Timbal (Pb) adalah suatu unsur dalam tabel periodik yang memiliki lambang Pb dan nomor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa latin *plumbum*. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia. Mempunyai nomor atom 82 dengan bobot 207,2. Logam timbal (Pb) merupakan logam yang tahan korosi, mempunyai titik lebur rendah sekitar $327,5^\circ\text{C}$, titik didih 1740°C , memiliki kerapatan yang besar, dan sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi, 2004).

Timbal (Pb) merupakan logam berat yang tersebar lebih luas dibandingkan kebanyakan logam toksiknya lainnya. Timbal (Pb) memiliki bentuk berupa serbuk berwarna abu-abu gelap. Sumber pencemaran timbal (Pb) dapat berasal dari tanah, udara, air, hasil pertanian, makanan atau minuman kemasan, limbah tukang emas, industri rumah, baterai dan percetakan. Sumber utama limbah timbal (Pb) adalah gas buang kendaraan bermotor dan limbah industri. Diperkirakan 65% dari pencemaran udara disebabkan emisi yang dikeluarkan oleh kendaraan bermotor, dimana timbal (Pb) digunakan sebagai bahan tambahan pada bensin (Mukono, dkk., 1991).

Timbal (Pb) dapat masuk ke dalam tubuh melalui pernapasan, makanan, dan minuman. Dalam tubuh timbal (Pb) terikat pada gugus sulfidril (-SH) 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. Pada bayi dan anak-anak, keracunan timbal (Pb) dapat menyebabkan *ensefalopati*, gangguan mental, dan penurunan kecerdasan (Setyawan, 2004).

Bagi sebagian besar manusia sumber asupan timbal (Pb) adalah makanan atau minuman yang biasanya menyumbang 0,1 – 0,3 mg/hari. Apabila timbal (Pb) yang masuk ke dalam tubuh senyap 0,6 mg/hari dapat menyebabkan keracunan timbal (Pb) (Homan dan Brogan, 1993). Bukan hanya itu adanya timbal (Pb) dalam peredaran darah dan dalam otak mengakibatkan berbagai gangguan fungsi

jaringan dan metabolisme. Gangguan mulai dari sintesis hemoglobin darah, gangguan pada ginjal, sistem reproduksi (Susilawati, 2009).



Gambar 2.3 Akumulasi Timbal (Pb) dalam Tubuh Manusia (DepKes, 2001)

Kadar maksimum timbal (Pb) yang masih dianggap aman dalam darah anak-anak sesuai dengan yang diperkenankan WHO dalam DepKes (2001) adalah 10 µg/dl darah, sedangkan untuk orang dewasa adalah 10 - 25 µg/dl darah. Tingkat keparahan akibat timbal (Pb) pada orang dewasa digolongkan menjadi 4 kategori sesuai tabel diatas.

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

Katagori	µg Pb/100 ml Darah	Deskripsi
A (normal)	< 40	Tidak terkena paparan atau tingkat paparan normal.
B (Dapat ditoleransi)	40-80	Pertambahan penyerapan dari keadaan terpapar 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 µg/dl darah, sedangkan untuk orang dewasa adalah 10 – 25 µg/dl darah. Tingkat keparahan akibat timbal (Pb) pada orang dewasa digolongkan menjadi 4 kategori sesuai tabel diatas.

2.3 Metode Destruksi

Penentuan kandungan mineral dalam bahan makanan dapat dilakukan dengan metode pengabuan yaitu pengabuan kering (*dry ashing*), pengabuan basah (*wet digestion*), dan *homogenate* asam. Pemilihan cara tersebut tergantung pada sifat zat organik dan anorganik yang ada dalam bahan mineral yang akan dianalisis (Muchtadi, 2009).

Preparasi sampel sangat menentukan keberhasilan dalam suatu analisis. Preparasi sampel yang dapat dilakukan yaitu dengan metode pengabuan kering (*dry ashing*) atau pengabuan basah (*wet digestion*). Pemilihan metode pengabuan tersebut tergantung pada sifat zat organik dalam sampel, sifat zat anorganik yang ada dalam bahan, logam berat yang akan dianalisa serta sensitivitas yang digunakan (Apriyanto, 1989).

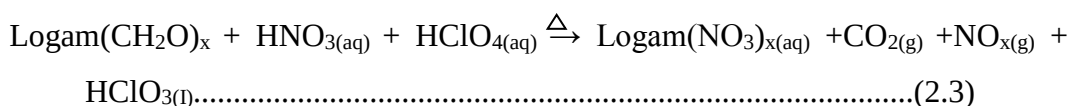
Beberapa penelitian sebelumnya mempertimbangkan penggunaan zat pengoksidasi terbaik pada analisis kandungan logam berat seperti timbal (Pb) dalam makanan. Apabila zat pengoksidasi yang terbaik digunakan, maka dalam menganalisis kandungan logam timbal (Pb) pada sampel tersebut juga akan maksimal. Penggunaan variasi jenis zat pengoksidasi terhadap kadar logam berat seperti timbal (Pb) sangat berpengaruh terhadap hasil analisis.

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

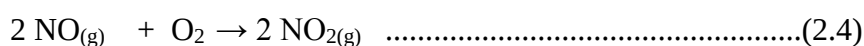


Fungsi HNO_3 dalam reaksi tersebut sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO_3 , sehingga logam timbal (Pb) dapat teroksidasi oleh HNO_3 .

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. 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 Danko, 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. Adapun reaksi yang terjadi antara asam Perklorat dengan senyawa organik, sebagaimana berikut (Sukei, 2013):



Gas NO yang dihasilkan dalam proses destruksi saat bereaksi dengan oksigen di udara akan membentuk gas NO_2 seperti reaksi dibawah ini:



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 vessel tertutup ketika bahan organik didekomposisi. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, unsur yang diteliti terlepas dari ikatannya dengan bahan organik, kemudian diubah kedalam bentuk garamnya menjadi logam $(\text{NO}_3)_x$ 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.

2.3.1 Destruksi Basah Terbuka

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

Destruksi basah memberikan beberapa keuntungan. Suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan. Pada umumnya karbon lebih cepat hancur

dari pada menggunakan cara pengabuan kering. Pengabuan basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud menghindari kehilangan mineral akibat penguapan (Apriyantono, 1989).

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

1. Asam sulfat pekat sering ditambahkan ke dalam sampel untuk mempercepat terjadinya oksidasi. Asam sulfat pekat merupakan bahan pengoksidasi yang kuat. Meskipun demikian waktu yang diperlukan untuk mendestruksi masih cukup lama.
2. Campuran asam sulfat pekat dengan kalium sulfat pekat dapat dipergunakan untuk mempercepat dekomposisi sampel. Kalium sulfat pekat akan menaikkan titik didih asam sulfat pekat sehingga dapat mempertinggi suhu destruksi sehingga proses destruksi lebih cepat.
3. Campuran asam sulfat pekat dan asam nitrat pekat banyak digunakan untuk mempercepat proses destruksi. Kedua asam ini merupakan oksidator yang kuat. Dengan penambahan oksidator ini akan menurunkan suhu destruksi sampel yaitu pada suhu 350°C , dengan demikian komponen yang dapat

menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik.

Dekstruksi basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendekstruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud mengurangi kehilangan mineral akibat penguapan. Pada tahap selanjutnya, proses seringkali berlangsung sangat cepat akibat pengaruh asam perklorat atau hidrat peroksida. Dekstruksi basah pada umumnya digunakan untuk menganalisa As, Cu, Sn, Pb, dan Zn. Keuntungan pengabuan basah adalah: suhu yang digunakan tidak melebihi titik didih larutan pada umumnya karbon yang lebih cepat hancur. Cara pengabuan basah yang dapat dilakukan ada 3 cara, yaitu (muchtadi,2009):

1. Pengabuan menggunakan HNO_3 p.a dan H_2SO_4
2. pengabuan menggunakan HNO_3 p.a, H_2SO_4 dan HClO_4 p.a
3. pengabuan menggunakan HNO_3 p.a, H_2SO_4 dan H_2O_2 p.a

2.3.2 Destruksi Basah Tertutup (*Refluks*)

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

Destruksi sampel menggunakan alat *refluks* dilakukan dengan cara menambahkan 20 ml asam nitrat 65% ke dalam 1 g sampel dan dipanaskan selama

tiga jam. Setelah itu ditambah 5 ml asam peroksida dan dipanaskan kembali selama satu jam. Hasil percobaan menunjukkan bahwa % *recovery* sebesar 70 %. Namun metode ini masih bisa digunakan dalam penentuan kadar Hg dalam ikan maupun kerang (Bortolli, dkk., 1995).

2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas. Analisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini mempunyai keuntungan berupa analisisnya sangat pekat, teliti dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana, serta tidak perlu dilakukan pemisahan unsur logam dalam pelaksanaannya. Metode serapan sangatlah spesifik, logam-logam yang membentuk campuran kompleks dapat dianalisis dan selain itu tidak selalu diperlukan sumber energi yang besar (Khopkar, 1990).

Prinsip Spektroskopi Serapan Atom (SSA) didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi dari sumber nyala atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar akan memberikan energi menjadi bacaan absorpsi yang sebanding dengan konsentrasi (Vogel, 1990).

Hubungan serapan atom dengan konsentrasi dapat dinyatakan dengan hukum Lambert-Beer, yaitu:

$$\text{Log } I_0 / I = abc$$

- Dimana : I_0 = Intensitas mula-mula
 I = I intensitas sinar yang ditransmisikan
 a = Intensitas molar
 b = Tinggi tungku pembakaran
 c = Konsentrasi atom

Menurut Darmono (1995) cara kerja Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini adalah berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya. Besarnya energi dari tiap panjang gelombang dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$E = h \cdot C / \lambda$$

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

Aspek kuantitatif dari metode spektroskopi diterangkan oleh hukum Lambert-Beer, yaitu:

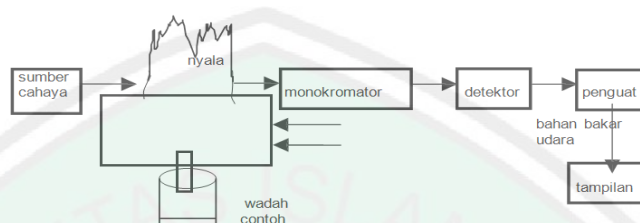
$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \text{ atau } A = a \cdot b \cdot c$$

Dimana : A = Absorbansi
 ϵ = Absorptivitas molar (mol/L)
 a = Absorptivitas (gr/L)
 b = Tebal nyala (nm)
 c = Konsentrasi (ppm)

Absorpsivitas molar (ϵ) dan absorpsivitas (a) adalah suatu konstanta dan nilainya spesifik untuk jenis zat dan panjang gelombang tertentu, sedangkan tebal media (sel) dalam prakteknya tetap. Dengan demikian absorbansi suatu spesies akan merupakan fungsi linier dari konsentrasi sehingga dengan mengukur

absorbansi suatu spesies konsentrasinya dapat ditentukan dengan membandingkan dengan konsentrasi larutan standar (Khopkar, 1990).

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



Gambar 2.4 Skema Umum Komponen Pada Alat SSA (sumber: Anshori, 2005)

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 2.2 Kondisi Optimum Peralatan SSA Logam Timbal (Pb)

Parameter	Satuan	Timbal (Pb)
Panjang gelombang	λm	283,3
Laju alir Asetilen	L/menit	2,0
Laju Alir Udara	L/menit	10,0
Kuat Arus HCL	μA	10,0
Lebar Celah	Nm	0,7
Tinggi Burner	Nm	2,0

Sumber: Rohman (2007)

Penentuan kadar logam timbal (Pb) menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) diukur dengan panjang gelombang 283,3 nm. Seperti penelitian yang dilakukan Aziz (2007) yang menentukan kadar logam timbal (Pb) pada sampel Susu Kental Manis (SKM) secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 283,3 nm .

Penelitian yang dilakukan oleh Rahayu dkk, (2010) tentang kandungan logam timbal (Pb) pada sampel air minum isi ulang yang beredar di Purwokerto dengan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) menggunakan panjang gelombang 283,3 nm. Selain itu, Penelitian Dewi (2012) tentang analisis kadar logam timbal (Pb) dalam sampel sosis dan leci dengan metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA) juga menggunakan panjang gelombang 283,3 nm.

2.5 Metode Kurva Standar

Dalam metode kurva standar ini, dibuat seri larutan standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi dari larutan tersebut diukur dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Selanjutnya membuat grafik antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A), yang akan merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = $a.b$, konsentrasi larutan sampel diukur dan diinterpolasi kedalam kurva standar atau dimasukkan dengan persamaan regresi linier pada kurva standar (Syahputra, 2004).

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

metode dengan syarat zat pengoksidasi harus cocok dan sesuai dengan kondisi sampel yang akan dianalisis (Nuraini, 2011).

2.6 Uji *Two Way* ANOVA

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

Anova dua arah (*Two way anova*) digunakan apabila yang akan dianalisis terdiri dari lebih dua 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. Atau sebaliknya, apabila H_0 diterima dan $F_{hitung} < F_{tabel}$, maka faktor tersebut tidak berpengaruh terhadap suatu variabel.

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

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

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

2.7 Makanan Halal dan Baik Perspektif Islam

Al-Qur'an yang bersifat kontekstual dan universal memerintahkan manusia untuk mempelajari setiap kandungan ayatnya agar mengetahui pengetahuan alam semesta. Makanan merupakan salah satu kebutuhan pokok manusia yang berfungsi menjaga keseimbangan proses metabolisme dalam tubuh. kategori makanan sehat yang sering dikonsumsi adalah sayuran. Dewasa ini, banyak orang yang karena alasan kesehatan hanya memakan sayur-sayuran atau hasil tumbuh-tumbuhan. Orang-orang seperti ini dapat dikategorikan sebagai Vegetarian. Kualitas makanan yang dikonsumsi dapat berpengaruh terhadap kualitas hidup dan perilaku makhluk hidup itu sendiri. Oleh karena itu, setiap makhluk hidup harus berusaha untuk mendapatkan makanan yang halal dan baik.

Allah SWT menciptakan alam dan seisinya seperti hewan dan tumbuh-tumbuhan mempunyai nilai yang amat besar, semuanya tidak ada yang sia-sia dalam ciptaan-Nya. Manusia diberikan kesempatan yang seluas-luasnya untuk mengambil manfaat dari hewan dan tumbuh-tumbuhan. Sebagaimana firman Allah SWT dalam surat Asy-Syu'ara ayat 7 yang berbunyi sebagai berikut:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ۝٧

Artinya:

“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu perbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik (Asy-Syu'ara: 7)”.

Shihab menafsirkan QS. Asy-Syu'ara tersebut bahwa Allah SWT menumbuhkan dari bermacam-macam tumbuhan yang baik itu subur dan bermanfaat, seperti halnya dengan sayuran bayam yang banyak manfaatnya. Menurut Yaakob dalam Salma (2010), makanan yang melalui proses halal sekiranya ia memenuhi ciri-ciri yaitu bahan-bahan mentah yang digunakan adalah halal, Akan tetapi, dalam aspek perkembangan teknologi makanan menyebabkan banyak keraguan timbul mengenai kandungan dan proses yang digunakan dalam tahapan pemasaran.

Sayur bayam merupakan salah satu sayuran yang sering dijual dari petani ke pasar tradisional maupun pasar modern. Namun pada proses pemasaran, sayur bayam tersebut terkadang terkontaminasi dari berbagai zat atau senyawa yang ikut masuk di dalamnya, baik dari proses tumbuh maupun dari proses pengangkutan dan pemasaran, sehingga dapat menyebabkan terjadinya cemaran dalam makanan itu sendiri seperti bakteri, logam berat ataupun zat lainnya yang dapat membahayakan tubuh. Sehingga makanan seperti ini tidak dapat digolongkan

menjadi makanan yang baik. Dengan demikian, pasar tradisional ataupun pasar modern Indonesia harus dapat meningkatkan daya saing pangan yang dihasilkannya melalui jaminan pangan halal dan baik. Pangan yang baik berkaitan dengan jaminan bahwa pangan yang dijual bergizi, warnanya menarik, teksturnya baik, bersih, bebas dari hal-hal yang dapat membahayakan tubuh seperti kandungan mikroorganisme patogen, komponen fisik, biologis, dan zat kimia berbahaya (Anwar, 2007).

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

Arinya:

“Hai rasul-rasul, makanlah dari makanan yang baik-baik, dan kerjakanlah amal yang saleh. Sesungguhnya Aku Maha Mengetahui apa yang kamu kerjakan (51)”

Tafsiran Ibnu Katsir dalam QS. Al Mu'minin, menyatakan bahwa Allah SWT memerintahkan para Rasulullah SAW untuk memakan makanan yang halal dan beramal sholeh. Penyandingan dua perintah ini adalah isyarat bahwa makanan halal adalah pembangkit amal sholeh. Oleh karena itu, para Nabi benar-benar memperhatikan bagaimana memperoleh yang halal. Para Nabi mencontohkan pada kita kebaikan dengan perkataan, amalan, teladan dan nasehat. (Tafsir Al Qur'an Al 'Azhim, 10: 126). Kata *“baik (thayyib)”* dalam al Qur'an disebutkan beberapa kali, dalam hal konteks makanan, kata *thayyib* selalu bergandengan dengan kata *halalan* yang dimaksudkan agar kita selalu menjaga apapun yang kita makan, tidak hanya baik, tapi juga harus halal atau diperbolehkan menurut syari'at agama islam, karena semua yang telah disediakan oleh Allah SWT di bumi ini tidak semuanya baik atau halal bagi manusia.

Halal dan baik adalah syarat mutlak dari Allah SWT dalam memilih makanan dan minuman. Ketetapan tersebut sudah merupakan hak prerogatif Allah SWT terhadap hambanya. Ketetapan Allah SWT ini merupakan bentuk kasih sayang Allah SWT kepada hamba-Nya dan untuk menjaga dan melindungi manusia dari beberapa penyakit yang diakibatkan oleh makanan yang dikonsumsi.



BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan Maret – juni 2016 di Laboratorium Riset Kimia Analitik dan Laboratorium organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

3.2 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah seperangkat instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) yang dilengkapi dengan lampu katoda timbal (Pb) merk Varian *spectra* AA 240; peralatan gelas laboratorium; neraca analitik, seperangkat alat gelas, seperangkat *refluks*, bola hisap, oven, dan lemari asam; mortar; dan *magnetic stirrer*.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan baku $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ merk E- Merck; HNO_3 65% p.a; HClO_4 70% p.a; aquades; daun bayam Hijau dan daun bayam merah dari pasar A.

3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory*. Kadar timbal (Pb) dalam sampel bayam akan dianalisis menggunakan metode destruksi yaitu destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup (*refluks*)

menggunakan SSA. Destruksi tersebut akan digunakan untuk penentuan metode terbaik. Sedangkan zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO_3 65% : HClO_4 70% .

Komposisi larutan pendestruksi (P):

P1 = HNO_3 65%

P2 = HNO_3 65% + HClO_4 70% (1:1)

P3 = HNO_3 65% + HClO_4 70% (3:1)

P4 = HNO_3 65% + HClO_4 70% (5:1)

P5 = HNO_3 65% + HClO_4 70% (8:1)

Pendestruksi terbaik yang diperoleh akan digunakan untuk penentuan kadar timbal (Pb) dalam sampel bayam. Analisis data dalam penelitian ini menggunakan persamaan regresi linear dari larutan standar Pb dengan menggunakan hukum Lambert-Beer.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan adalah :

1. Preparasi sampel
2. Pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
3. Pembuatan larutan standar timbal (Pb)
4. Preparasi sampel menggunakan metode destruksi basah
5. Penentuan timbal dengan variasi Komposisi Pendestruksi Terbaik
6. Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel menggunakan kurva standar
7. Analisis data.

3.5 Metode Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini, digunakan sampel sayuran bayam, jenis bayam hijau dan bayam merah A dan B yang dibeli setiap hari dalam keadaan *Fresh* (segar) dari pasar modern sekitar Kota Malang. Sayuran bayam yang akan dianalisis langsung ditempatkan pada wadah kaca pada saat pembelian. Seluruh sampel dicuci terlebih dahulu, dipisahkan batang dan daun, namun hanya bagian daun yang diambil sebagai sampel untuk analisis. Selanjutnya dari masing-masing bayam tersebut diambil sebanyak 2 gram. Kemudian ditumbuk hingga homogen dengan mortar.

3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Logam Pb

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 *spectra* AA 240 dengan komponen meliputi lampu katoda (HCL) terbuat dari wolfram / tungsten dengan kuat arus HCL 10,0 μ A, panjang gelombang pada 217 nm, burner Mark 7, monokromator, detektor jenis MPT (Multiplayer tube), laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju alir udara pada 10,0 L/menit, lebar celah pada 0,7 nm, tinggi burner 2,0 mm (Khopkar, 1990).

3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Logam Timbal (Pb)

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

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

3.5.4 Preparasi Sampel menggunakan Variasi Metode Destruksi

3.5.4.1 Analisis Pb dalam Sampel Daun Bayam dengan menggunakan Destruksi Basah (Terbuka) secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Sampel bayam hasil preparasi ditimbang 1 gram dan dimasukkan ke dalam beaker glass. Kemudian ditambahkan dengan 15 mL HNO₃ 65 % p.a. Dipanaskan sampai volume berkurang setengahnya diatas *Hot Plate* pada suhu 100 °C, hal ini dimaksudkan untuk menguapkan sebanyak mungkin zat organik yang ada. Larutan didinginkan pada suhu kamar, disaring dengan kertas *Whatmann* 42. Selanjutnya dimasukkan kedalam labu takar 10 mL dan diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas. Diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

3.5.4.2 Analisis Pb dalam Sampel Daun Bayam dengan menggunakan Destruksi *Refluks* (Tertutup) secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Sampel sayuran bayam hasil preparasi ditimbang sebanyak 1 gram didalam neraca analitik dan *refluks*, sampel dimasukan kedalam labu didih 250 mL yang dilengkapi kondensor dan air. kemudian ditambahkan dengan HNO₃ 65 % p.a sebanyak 15 mL dan batu didih. dipanaskan dengan suhu 100 °C sampai tiga jam diatas *Hot Plate* hingga mendidih sampai larutan jernih. Kemudian didinginkan dan disaring dengan kertas *Whatmann* 42. Setelah itu dimasukkan ke dalam labu takar 20 mL dan diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda

batas. Diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) (Evans, dkk., 2011).

3.5.4.3 Analisis Pb dalam Sampel Daun Bayam dengan Variasi Komposisi Pendestruksi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Pada percobaan ini dilakukan pengulangan dengan jenis komposisi pendestruksi yang berbeda. Percobaan ini bertujuan untuk menentukan komposisi pendestruksi terbaik dari timbal (Pb) dalam sampel sayur bayam. Adapun variasi komposisi pendestruksi seperti Tabel 3.1 berikut ini:

Tabel 3.1 Tabel Volume Perbandingan Zat Pengoksidasi

Metode	Larutan Pendestruksi		Perbandingan	Larutan Pengencer
	HNO ₃ (mL)	HClO ₄ (ml)		
Destruksi Basah Terbuka	7,5	7,5	1:1	HNO ₃ 0,5 M
	11,25	3,75	3:1	HNO ₃ 0,5 M
	12,5	2,5	5:1	HNO ₃ 0,5 M
	13,3	1,7	8:1	HNO ₃ 0,5 M
	15	-	-	HNO ₃ 0,5 M
Destruksi Basah Tertutup	7,5	7,5	1:1	HNO ₃ 0,5 M
	11,25	3,75	3:1	HNO ₃ 0,5 M
	12,5	2,5	5:1	HNO ₃ 0,5 M
	13,33	1,7	8:1	HNO ₃ 0,5 M
	15	-	-	HNO ₃ 0,5 M

Keterangan :

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

Nilai absorbansi yang didapat diinterpolisasikan kedalam kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi. Kemudian dianalisis dengan metode uji varian *Two Way ANOVA* untuk mengetahui apakah penggunaan metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi terbaik mempunyai

pengaruh dalam pembacaan konsentrasi yang diukur dengan instrument Spektrofometri Serapan Atom (SSA).

3.5.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel menggunakan Kurva Standar

Pada penelitian ini diambil sebanyak 1 gram sampel daun bayam dari masing-masing sampel A dan B. Kemudian dilakukan analisis dengan menggunakan metode destruksi dan larutan oksidator terbaik yang telah diperoleh. Dilakukan uji kadar timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali ulangan.

Tabel 3.2 Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)

Jenis Sampel	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
Bayam Hijau (A)			
Bayam Merah (B)			

3.6 Analisis Data

Data yang diperoleh dalam penelitian ini adalah konsentrasi logam Pb sebenarnya. Performa analitik dan pengaruh variasi larutan pendestruksi dalam analisis timbal (Pb) secara Spektroskopi Serapan Atom dengan Metode Destruksi Basah untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam sayuran bayam. Untuk mengetahui performansi analitik dari metode destruksi basah ini dilakukan analisa statistik yang meliputi hal berikut:

3.6.1 Penentuan Linearitas

Penentuan Linearitas dapat dilihat dari nilai r^2 kurva standard an kurva adisi standar. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi

r^2 pada analisis regresi linier $Y = bx + a$. Dimana b = slope atau kemiringan kurva standard dan a = intersep atau perpotongan terhadap sumbu y (Tahir, 2005).

3.6.2 Sensitivitas

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

3.6.3 Akurasi

Akurasi diperoleh dengan menghitung persen *recovery*. Persamaan untuk persen *recovery* adalah (Skong, 1985):

$$\% Recovery = \frac{\text{Hasil Analisis}}{\text{Nilai sebenarnya}} \times 100\%$$

Perhitungan untuk menentukan kadar sebenarnya dalam sampel daun bayam menggunakan rumus sebagai berikut :

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

Keterangan :

b = Kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

V = Volume larutan (L)

W = Berat contoh (Kg)

BAB IV PEMBAHASAN

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

4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah bayam merah (*Alternanthera ameoana Voss*) dan bayam hijau (*Amaranthus tricolor*). Sampel diambil dari pasar modern yang terletak di kota Malang dengan waktu yang sama dan jenis yang berbeda untuk dianalisis logam timbal (Pb). Analisis unsur-unsur mikro yang menggunakan pengukuran dengan spektroskopi serapan atom (SSA) sangat memerlukan preparasi sampel karena merupakan langkah yang penting. Pemilihan metode preparasi sampel sangat mempengaruhi hasil yang akan didapatkan. Hasil analisis yang baik juga dipengaruhi oleh cara preparasi sampel yang akan dianalisis. Sampel bayam ini diambil setiap hari dari pasar modern, setelah itu sampel harus dicuci bersih agar kotoran - kotoran seperti debu yang masih menempel hilang, selanjutnya untuk menentukan zat pengoksidasi yang terbaik, maka dibutuhkan sampel campuran antara daun bayam merah dan daun

bayam hijau, Pemilihan daun dalam proses preparasi ini karena menurut Darmono (1995), secara ilmiah timbal akan diserap cepat oleh pada bagian daun dibandingkan bagian lain. Kemudian setelah dicampur, sampel ditumbuk halus menggunakan mortar. Tujuan pencampuran untuk mengetahui kadar timbal (Pb) secara umum dari daun bayam yang telah dianggap mewakili dalam bayam merah dan bayam hijau, sedangkan proses penumbukan bertujuan untuk memperbesar luas permukaan sampel sehingga dapat mempercepat proses destruksi logam timbal (Pb). Setelah itu ditimbang sampel bayam tersebut sebanyak 2 gram. Sampel yang telah dipreparasi akan digunakan untuk penentuan metode destruksi basah dan variasi zat pengoksidasi terbaik dalam analisis kadar timbal (Pb) secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Berikut gambar campuran daun bayam hasil preparasi pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Sampel Bayam Hasil Preparasi

4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merupakan salah satu alat untuk mengetahui kadar logam dalam suatu sampel yang paling baik, karena waktu pengerjaannya yang cepat, sensitif, dan sangat spesifik untuk unsur-unsur yang akan dianalisis (Haris dan Gunawan, 1992). SSA berprinsip pada absorpsi

cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unturnya.

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

Logam timbal (Pb) menyerap pada panjang gelombang 217 nm, yang merupakan panjang gelombang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi. Cahaya pada panjang gelombang ini mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik atom timbal (Pb) sehingga menghasilkan garis spektrum yang tajam dengan intensitas yang maksimum.

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

Optimasi alat bertujuan mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan respon terbaik. Optimasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dilakukan dengan memvariasikan nilai parameter dari alat tersebut. Kondisi

optimum analisis suatu unsur diperoleh dengan mengukur serapan maksimum unsur tersebut pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir asetilen dan tinggi pembakar.

Tinggi pembakar yang digunakan untuk analisis logam Pb dengan SSA sebesar 2,0 Nm. 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 sehingga pengatoman kurang sempurna. Laju alir gas pembakar yang paling baik digunakan 10,0 L/menit.

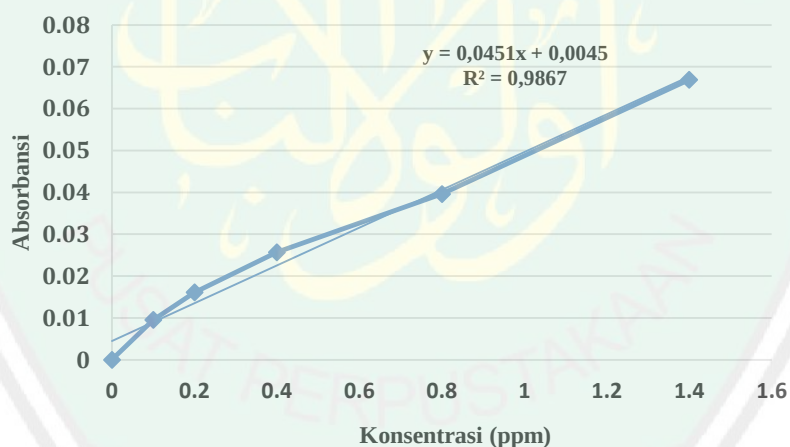
4.3 Pembuatan Kurva Standart Timbal (Pb)

Kurva standart digunakan untuk menganalisis kandungan dalam sampel yang memiliki konsentrasi kecil. Pembuatan larutan standart diawali dengan membuat larutan standart timbal (Pb) 10 mg/L dengan cara memindahkan 1 mL larutan stock 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas. Selanjutnya dibuat larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL dan larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan sampai tanda batas.

Kurva standar adalah kurva yang menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorpsi, absorbansi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui konsentrasinya. Berdasarkan hukum Lambert-Beer absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasinya. Artinya, apabila

konsentrasi tinggi maka nilai absorbansi juga tinggi, begitupun sebaliknya jika konsentrasi rendah maka absorbansinya juga rendah.

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



Gambar 4.2 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb)

Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula absorbansi, sehingga persamaan dari kurva standar logam timbal (Pb) didapatkan persamaan linear $y = 0,0451x + 0,0045$ dimana y adalah absorbansi, a adalah slope, x adalah konsentrasi sedangkan b adalah intersep. Sehingga didapatkan nilai koefisien korelasi (r^2) sebesar 0,9867 dimana nilai ini

mendekati +1 yaitu menunjukkan bahwa respon yang diberikan oleh alat terhadap konsentrasi analit telah memenuhi syarat. Setelah didapatkan hasil tersebut dapat dibuktikan bahwa Instrument Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A). Uji linieritas merupakan metode untuk membuktikan hubungan linier antara konsentrasi analit yang sebenarnya dengan respon alat.

Hubungan linearitas antara absorbansi dengan konsentrasi analit dapat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (r). Model persamaan regresi linier yang terbentuk dari gambar 4.1 diatas adalah: $y = 0,0451x + 0,0045$ dengan nilai linearitas $R^2 = 0,9867$ dimana hasil ini sesuai dengan *Hukum Lambert-Beer*. Sensitivitas yang diperoleh dari pembuatan kurva standar Pb ditunjukkan dengan nilai *slope* (kemiringan) sebesar 0,0451. Nilai tersebut menunjukkan setiap perubahan konsentrasi (sumbu x) akan memberikan perubahan terhadap nilai absorbansi (sumbu y) sebesar 0,0451.

Keakuratan data dari kurva standar dapat dilihat dari derajat kedekatan antara hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya . Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*). Menurut Miller (2005), nilai *recovery* dikatakan teliti apabila nilainya antara 80 - 120 %. Adapun rerata persen *recovery* secara keseluruhan adalah 110,6 % . Sehingga keakuratan dari kurva standar yang digunakan adalah sensitif karena memenuhi persyaratan akurasi.

Parameter uji batas dengan jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko yaitu Batas deteksi (LOD) (Harmita, 2004). Dimana nilai LOD yang diperoleh

dari pembuatan kurva standar Pb sebesar 0,0066 ppm. Apabila konsentrasi timbal (Pb) yang terukur dalam instrument $> 0,0066$ ppm, maka dapat dipastikan bahwa sinyal tersebut berasal dari logam timbal (Pb). Sebaliknya, apabila konsentrasi timbal (Pb) yang terukur dalam instrument berada dibawah limit deteksi, maka sinyal yang ditangkap oleh alat sepenuhnya berasal dari pengganggu (*noise*). Sedangkan Batas kuantitasi (LOQ) yaitu batas rentang kerja yang harus dicapai dalam suatu pengukuran. Pada rentang 0,1 mg/L sampai 1,4 mg/L dalam kurva kalibrasi menunjukkan hasil yang linier, namun pengukuran harus mencapai limit kuantisasi agar lebih akurat. Nilai LOQ yang diperoleh pada pembuatan kurva standar Pb sebesar 0,022 ppm, yang menunjukkan bahwa alat memiliki akurasi yang tinggi karena konsentrasi larutan standart lebih dari nilai LOQ.

4.4 Penentuan Metode Destruksi Terbaik

Analisis dengan menggunakan SSA dapat dikatakan berhasil apabila pemilihan metode dekomposisi yang tepat. Salah satu metode yang paling baik dalam analisis logam adalah metode destruksi. Proses destruksi perlu dilakukan sebelum menganalisis suatu unsur dalam suatu makanan, karena sangat berpengaruh terhadap hasil yang akan diperoleh. Adapun tujuan destruksi yaitu untuk memutus ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Sehingga variasi metode destruksi dalam penelitian ini bertujuan untuk menentukan metode yang paling efektif untuk analisis logam timbal (Pb) dalam daun bayam. Penentuan zat pengoksidasi terbaik dilihat dari kadar terukur yang mempunyai nilai konsentrasi tertinggi dari lima variasi zat pengoksidasi. Penelitian kali ini menggunakan dua metode, destruksi basah yaitu destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup (*refluks*).

4.4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Destruksi basah terbuka merupakan jenis metode pemutusan atau perombakan zat organik dalam sampel menggunakan bantuan zat pengoksidasi dan pemanasan pada suhu tertentu secara terbuka. Kelebihan dari metode destruksi basah terbuka yaitu pengerjaannya lebih sederhana, oksidasi terjadi secara kontinyu dan cepat, serta unsur-unsur yang diperoleh mudah larut sehingga dapat ditentukan dengan metode analisa tertentu. Zat pengoksidasi yang digunakan dalam metode destruksi basah ini adalah asam nitrat, dan asam peroklorat, dengan variasi sebagai berikut HNO_3 , $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:3); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:5); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:8). Tujuan dari variasi zat pengoksidasi ini untuk menentukan larutan asam pengoksidasi yang paling efektif untuk menganalisis kadar logam timbal (Pb) pada daun bayam sehingga diperoleh kadar yang maksimal. Sampel daun bayam yang digunakan dalam bentuk padatan yang telah ditumbuk halus sebelumnya. Tujuan penumbukkan untuk mempercepat proses destruksi, sehingga zat pengoksidasinya akan lebih mudah mengabsorpsi sampel dan memutuskan ikatan-ikatan senyawa organik yang terdapat dalam sampel sehingga yang tertinggal hanya senyawa garamnya.

Daun bayam yang digunakan dalam destruksi basah ini ditimbang sebanyak 1 gram dengan neraca analitik. Selanjutnya sampel ditambahkan dengan jenis variasi zat pengoksidasi yang telah ditentukan tersebut. Sampel didestruksi di atas *hot plate* sampai larutan berkurang setengahnya dan dihasilkan larutan yang berwarna bening. Tujuan dari pemanasan untuk mempercepat proses pemutusan ikatan senyawa kompleks antara logam Pb dengan senyawa organik yang terdapat pada daun bayam tersebut. Proses pemanasan dilakukan pada suhu 100°C dan tetap dijaga suhu konstan menggunakan termometer, digunakan suhu tersebut

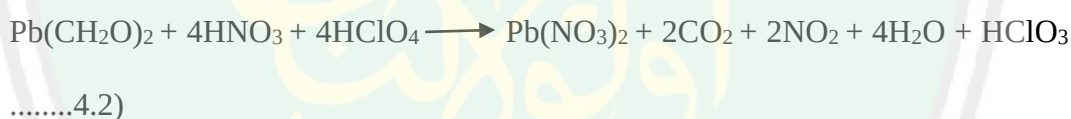
karena di bawah titik didih asam nitrat 121°C yaitu untuk mencegah penguapan terlalu banyak sehingga proses destruksi berjalan maksimal. Selama pemanasan, sampel diaduk dengan pengaduk gelas agar sampel mudah larut dan memaksimalkan hasil destruksi.

Pada penelitian ini zat pengoksidasi yang utama adalah asam nitrat pekat, hal ini dikarenakan sifat timbal (Pb) yang dapat larut dengan HNO_3 p.a. Pb teroksidasi oleh HNO_3 p.a. sehingga menjadi larut, adapun reaksi yang terjadi adalah :

Reaksi yang terjadi antara asam nitrat dengan senyawa organik :



Reaksi yang terjadi antara asam nitrat dan asam perklorat dengan senyawa organik :



Pada persamaan 4.2 terjadi reaksi redoks (reduksi oksidasi) dimana HNO_3 sebagai oksidator utama akan mengalami reduksi dari +5 menjadi +4 kemudian HClO_4 juga mengalami reduksi dari +7 menjadi +5 oleh sebab itu kedua asam kuat ini disebut sebagai agen pengoksidasi dalam destruksi tersebut. Kemudian senyawa organik dalam daun bayam yang dimisalkan dengan $(\text{CH}_2\text{O})_2$ akan mengalami oksidasi yaitu dari muatan +2 menjadi +4 sedangkan Pb akan diubah menjadi bentuk garam dengan muatan +2. Senyawa yang dimisalkan $(\text{CH}_2\text{O})_2$ dalam daun bayam adalah senyawa fitokelatin yaitu senyawa kompleks yang

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

Variasi dari zat pengoksidasi yaitu campuran HNO_3 p.a + HClO_4 p.a, dimana fungsi HNO_3 sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO_3 , sedangkan HClO_4 juga sebagai oksidator untuk membantu memaksimalkan HNO_3 pekat mendekomposisi matriks organik bayam. Penambahan HClO_4 setelah HNO_3 langsung sebelum pemanasan karena untuk meminimalisir ledakan apabila penambahan pada posisi sudah dipanaskan. Disini HClO_4 juga berfungsi sebagai penjernih. Sehingga HNO_3 harus mempunyai volume yang lebih banyak atau dominan pada semua variasi karena asam pengoksidasi utama agar bayam dapat larut sempurna.

Kekuatan asam akan meningkat sebanding 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. Penggunaan kombinasi asam sebagai zat pengoksidasi lebih menguntungkan jika dibandingkan dengan asam tunggal karena kombinasi asam akan memberikan kekuatan asam yang lebih baik, khususnya untuk melarutkan logam-logam yang terdapat dalam sampel organik dan mendegradasi sampel organik.

Setelah proses destruksi selesai, sampel diencerkan menggunakan HNO_3 0,5 M ke dalam labu ukur 10 mL. Pengenceran dilakukan pada konsentrasi tertentu sebab larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar sehingga didapatkan kondisi yang ideal untuk analisis (Rohman, 2007). Kemudian dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan metode kurva standar yang dapat digunakan kembali untuk menganalisis sampel selanjutnya (*recall*), sehingga dapat dibandingkan hasil pembacaan suatu kurva terhadap kedua oksidator tersebut dengan ditinjau dari kestabilan data hasil destruksinya.

Tabel 4.1 Kadar logam Timbal (Pb) dalam larutan sampel menggunakan destruksi Basah terbuka secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

No.	Pelarut	Rata-rata Kadar logam Pb dalam larutan (mg/Kg)
1.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 1)	6,296
2	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 3)	4,027
3	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 5)	5,488
4	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 8)	6,322
5	HNO_3	0,699

Tabel 4.1 menunjukkan hasil dari kadar timbal menggunakan destruksi basah terbuka. Hasil ini, tidak linier antar perbandingan yang disebabkan oleh sistem terbuka. Dimana pada metode ini dimungkinkan banyak asam yang menguap terlebih dahulu pada saat destruksi berlangsung sehingga pemutusan senyawa kompleks dalam daun bayam kurang maksimal oleh sebab itu kadar yang didapat juga kurang baik. Bukan hanya itu, pemilihan dan pengambilan sampel setiap hari juga dimungkinkan mempengaruhi kadar yang tidak stabil.

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

Destruksi basah tertutup (*refluks*) memiliki prinsip perombakan senyawa organik dalam sampel yang hampir sama dengan destruksi basah terbuka, hanya saja sistemnya menggunakan sistem tertutup. Pada proses destruksi *refluks* juga dilakukan dengan perlakuan yang sama dengan destruksi basah. Kelebihan dari metode ini, yakni meminimalisir kehilangan analit berupa logam yang volatil, sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi. Hal ini sesuai dengan penelitian Hidayat (2012) yang melakukan analisis kadar logam Pb dalam coklat batang menggunakan metode *refluks* untuk menghindari hilangnya unsur Pb saat dilakukan destruksi.

Perubahan warna yang terjadi pada sampel pada proses destruksi berlangsung, pada proses destruksi ini terjadi perubahan warna larutan dari kuning pekat menjadi kuning jernih dengan adanya gelembung yang mengindikasikan adanya proses oksidasi sampel yang disebabkan karena pemanasan, sehingga dihasilkan gas NO_2 disekitar labu alas bulat. Sistem dalam labu alas bulat mengalami reaksi eksotermis dimana sistem melepaskan kalor ke lingkungannya. Kalor yang dilepas akan masuk kedalam kondensor. Sistem dalam kondensor

tersebut mengalami reaksi endotermis, dimana sistem menerima kalor dari lingkungannya.

Apabila sudah diperoleh larutan yang bening, proses destruksi ini dapat dihentikan ketika yang menandakan ikatan logam pada sampel telah terputus dari senyawa organik. Dari hasil destruksi tersebut didapatkan larutan berwarna kuning bening dengan volume yang masih sama dengan volume awal, ini disebabkan karena dengan sistem yang tertutup selama proses destruksi, dapat dipastikan komponen-komponen di dalam larutan tidak ada yang hilang (menguap). Larutan hasil destruksi didinginkan dalam suhu ruang dan kemudian disaring dengan kertas saring *wathman* 42 untuk memisahkan residu yang masih terdapat dalam larutan, seperti gumpalan minyak hasil destruksi dan pengotor lainnya. Kemudian larutan diencerkan dengan larutan HNO_3 0,5 M pada labu takar 10 ml sampai tanda batas dan dihomogenkan. Pengenceran dilakukan pada konsentrasi tertentu sebab larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar sehingga didapatkan kondisi yang ideal untuk analisis (Rohman, 2007). Setelah itu, larutan dianalisis dengan spektroskopi. Berikut adalah tabel konsentrasi logam Pb dalam sampel yang diperoleh dari pengukuran alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Tabel 4.2 Kadar logam Timbal (Pb) dalam larutan sampel menggunakan destruksi Basah tertutup (*Refluks*) secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

No.	Pelarut	Rata-rata Kadar logam Pb dalam larutan (mg/Kg)
1.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 1)	13,451
2	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 3)	11,457
3	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 5)	8,590
4	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 8)	8,257
5	HNO_3	6,722

Tabel 4.2 menunjukkan rata - rata kadar logam timbal tertinggi pada variasi komposisi yaitu perbandingan HNO_3 dan HClO_4 (1:1). Hal ini disebabkan oleh perbandingan volume yang sama, menyebabkan semakin kuat pula kedua asam tersebut dalam mendestruksi sehingga hasil yang diperoleh lebih tinggi dibandingkan dengan keempat variasi komposisi tersebut. Sedangkan pada penggunaan asam tunggal HNO_3 didapatkan hasil yang lebih rendah, ini dipengaruhi oleh penggunaan asam yang kurang kuat sehingga dalam mendestruksi sampel juga kurang maksimal. Oleh sebab itu hasil kadar logam timbal terendah didapatkan pada penggunaan asam nitrat tunggal. Pengaruh penambahan asam perklorat disini, sangat mempengaruhi hasil yang didapatkan. Hal ini dapat dilihat dari Tabel 4.2 yaitu semakin banyak volume penambahan asam perklorat semakin besar pula kadar logam timbal yang terukur.

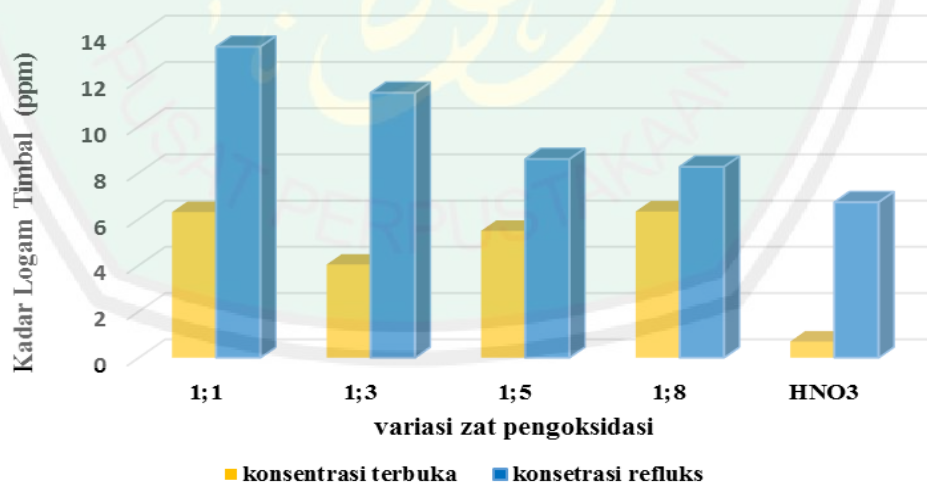
4.5 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Daun Bayam

Keberhasilan suatu penelitian dalam menentukan kadar logam menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) tergantung pada pemilihan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang tepat. Analisis sampel secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada umumnya dalam bentuk larutan, sehingga senyawa-senyawa organik dalam sampel mudah untuk didestruksi. Ada beberapa pertimbangan yang perlu diperhatikan untuk pemilihan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang tepat, yaitu jenis sampel yang akan dianalisis, ukuran sampel, dan unsur-unsur yang akan dianalisis. Dari beberapa penelitian sebelumnya telah menunjukkan bahwa penentuan variasi zat pengoksidasi juga berpengaruh dengan hasil analisis, seperti penelitian yang dilakukan oleh anum

(2009) yang menganalisis logam timbal (Pb) dalam buah apel. Pada sampel apel menunjukkan bahwa variasi jenis zat pengoksidasi terbaiknya adalah HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (1:1).

Metode destruksi masing-masing akan memberikan hasil analisis yang berbeda, bisa disebabkan karena pengaruh suhu sistem antara destruksi terbuka dan destruksi tertutup juga akan berpengaruh pada konsentrasi yang diserap oleh Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Seperti penelitian kali ini telah membuktikan pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan adanya perbedaan yang signifikan dari hasil analisis.

Berikut adalah grafik perolehan kadar rata-rata logam timbal (Pb) dalam daun bayam dari variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi yang diperoleh dari perhitungan (Lampiran 3) dan tabel hasil analisis (Lampiran 5):



Keterangan: Zat Pengoksidasi HNO_3 p.a.; dan perbandingan Zat Pengoksidasi HNO_3 p.a+ HClO_4 p.a. (1:1); HNO_3 p.a+ HClO_4 p.a. (3:1); HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (5:1); HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (8:1).

Gambar 4.3 Grafik Perbandingan Perolehan Kadar Timbal (Pb) berdasarkan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi

Gambar 4.3 diatas menunjukkan hubungan antara variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan konsentrasi kadar logam timbal (Pb). Dari gambar grafik tersebut dapat dilihat bahwa pada destruksi dengan penggunaan variasi satu pelarut (HNO_3 p.a.) kurang efektif, karena kadar timbal (Pb) pada destruksi basah terbuka yang terdeteksi berkisar sekitar 0,699 mg/Kg sedangkan pada destruksi basah tertutup (*Refluks*) berkisar 6,722 mg/Kg. Pada destruksi basah dengan zat pengoksidasi HNO_3 p.a. diperoleh rata-rata kadar timbal (Pb) sebesar 9,827 mg/Kg, sedangkan penggunaan 2 variasi pelarut HNO_3 p.a. + HClO_4 p.a. (1:1) lebih efektif karena dalam komposisi yang sama antara HNO_3 dan HClO_4 , bukan hanya itu keduanya merupakan oksidator kuat sehingga dalam mendestruksi lebih kuat dan maksimal, hasil yang didapatkan sebesar 13,451 mg/Kg. Kemudian pada grafik diatas dapat dilihat bahwa metode destruksi paling efektif adalah destruksi tertutup menggunakan *refluks* jika dibandingkan dengan metode destruksi terbuka, ini dimungkinkan karena pada destruksi basah terbuka banyak asam yang menguap sehingga dalam proses destruksi kekuatannya semakin berkurang oleh sebab itu destruksi kurang maksimal sedangkan apabila destruksi menggunakan refluks lebih meminimalisir kehilangan analit dan asam yang digunakan juga tidak hilang karena apabila asam menguap tetap dalam kondensor dan akan kembali lagi kedalam labu alas bulat karena sistemnya yang tertutup.

Penelitian ini merekomendasikan bahwa metode destruksi dan zat pengoksidasi terbaik untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel daun bayam adalah destruksi basah tertutup (*refluks*) dengan zat pengoksidasi campuran,

HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (1:1), berdasarkan kadar timbal logam (Pb) terukur yang paling tinggi.

Penelitian ini didukung oleh data uji statistik *Two Way Anova* untuk mengetahui perbedaan pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi pada penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam daun bayam. Pada uji statistik dengan *Two Way Anova* ini menggunakan tingkat kepercayaan hasil uji 95%. Kemudian dilakukan pengujian hipotesis:

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

Untuk menentukan H_0 atau H_1 yang diterima maka ketentuan yang harus diikuti adalah sebagai berikut:

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

Tabel 4.3 Hasil Uji *Two Way ANOVA* Pengaruh Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi terhadap Kadar Logam Pb dalam Daun Bayam

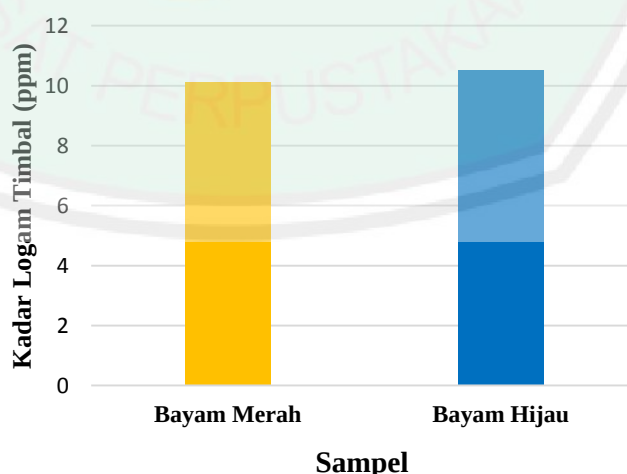
Sumber Variasi	SS	df	Mean	F_{hitung}	F_{tabel}	Sig.
Perlakuan	197.310	1	197.310	29,757	1,699	.000
Galat	159.136	24	6.631			
Total	1883.435	30				

Tingkat kesalahan yang ditetapkan sebesar 0,05, Kriteria pengujian dapat dilihat apabila nilai signifikansi (.000) < 0,05 maka H_0 ditolak. Jika dibandingkan dengan F_{tabel} maka diperoleh nilai F_{hitung} (29,757) lebih besar. Jadi nilai F

hitung ($29,757 > F \text{ tabel } (1,699)$), maka H_0 ditolak dan H_1 diterima, yang berarti terdapat pengaruh dengan adanya variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dari penentuan kadar timbal (Pb) dalam daun bayam. Sedangkan untuk mengetahui perbedaan yang signifikan dari tiap perlakuan dibuktikan dengan uji BNT (Beda Nyata Terkecil) yaitu pada metode terbaik (*Refluks*) antar perbandingan rata - rata lima perlakuan terdapat perbedaan yang signifikan secara statistik, kecuali perbandingan 1:5 dan 1:8 ini tidak berbeda secara signifikan.

4.6 Penentuan Kadar Logam pada Sampel

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel daun bayam ini menggunakan metode destruksi basah dengan zat pengoksidasi terbaik yaitu $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1). Penelitian ini menggunakan sampel yang daun bayam jenis bayam merah dan bayam hijau. Kadar logam timbal (Pb) dalam masing-masing sampel diuji dengan tiga kali pengulangan prosedur, untuk diketahui akurasi dan kevalidan data yang diperoleh dari setiap perlakuan ini. Berikut konsentrasi logam timbal (Pb) dari masing - masing sampel yang diperoleh dari hasil perhitungan.



Gambar 4.4 Grafik Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Daun Bayam

Berdasarkan Gambar 4.4 dapat diketahui bahwa kadar rata-rata logam timbal (Pb) pada daun bayam mempunyai pengaruh signifikan pada setiap jenisnya, yang ditunjukkan dengan perolehan kadar yang berbeda-beda, untuk bayam merah sebesar 10,114 mg/Kg; sedangkan bayam hijau sebesar 10,518 mg/Kg. Perolehan kadar logam timbal (Pb) dalam daun bayam hijau lebih tinggi disebabkan oleh kandungan dari daun, dimana bayam hijau memiliki kandungan klorofil yang lebih tinggi dibandingkan dengan bayam merah. Menurut Novita (2012) timbal mengganggu proses fotosintesis karena terganggunya enzim yang berperan terhadap biosintesis klorofil yaitu *asam amino levulinic* (ALAD) yang mengkatalisis pembentukan porphobilinogen sehingga dapat merusak struktur kloroplas. Kloroplas sendiri tersusun dari Mg dan Fe yang diserap didalam tanah. Jika pada tanah atau daun terdapat logam Pb yang cukup besar, Pb akan menggantikan Mg dan Fe sehingga klorofil tidak dapat terbentuk dengan optimal dan proses fotosintesis akan terganggu.

Perpindahan timbal dari tanah ke tanaman tergantung komposisi dan pH tanah. Tanaman dapat menyerap logam timbal pada saat kondisi kesuburan tanah tinggi dan banyaknya kandungan bahan organik. Timbal tidak akan larut ke dalam tanah jika tanah tidak terlalu asam. Keasaman tanah disebabkan oleh banyaknya kandungan pupuk dan sisa-sisa pestisida yang digunakan untuk mempercepat proses pertumbuhan tanaman serta untuk menghilangkan serangga. Pada Keadaan ini logam berat Pb akan terlepas dari ikatan tanah dan berupa ion yang bergerak bebas pada larutan tanah. Jika logam lain tidak mampu menghambat keberadaannya, maka akan terjadi serapan Pb oleh akar dan penyebaran pada daun tanaman, sehingga semakin banyak penggunaan pupuk, pestisida dan bahan tambahan lainnya menyebabkan semakin tingginya kadar Timbal dalam tanaman

yang disebabkan oleh semakin tinggi keasaman tanah. Hasil tersebut melebihi ambang batas yang telah ditentukan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) yaitu sebesar 0,5 mg/Kg.

4.7 Makanan Halal dan Baik dalam Tinjauan Islam

Allah SWT Penciptaan segala sesuatu didunia semata – mata hanya untuk makhluk-Nya. Seluruh aspek kehidupan yang berhubungan dengan makhluk khususnya manusia telah diatur dalam ajaran islam, tanpa terkecuali masalah makanan. Makanan sebagai salah satu kebutuhan pokok manusia, selain berfungsi sebagai pemenuhan kebutuhan fisik, juga berpengaruh terhadap ruhani seseorang yang mengkonsumsi makanan tersebut. Makanan yang halal dan baik akan berdampak positif bagi perkembangan jasad dan ruhani, begitu positif bagi perkembangan jasad dan ruhani, begitu pula sebaliknya.

Allah SWT berfirman dalam QS. Al-maidah (4) : 88,

وَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا وَاتَّقُوا اللَّهَ الَّذِي أَنْتُمْ بِهِ مُؤْمِنُونَ ٨٨

Artinya :

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

Halal dan baik pada ayat diatas dapat dilihat dari berbagai segi, yaitu mulai bahan dasar, cara pengolahan hingga bagaimana cara memperolehnya. Halal yang dimaksud yaitu yang dibolehkan oleh syariat, sedangkan baik (*thayyib*) yaitu lebih disukai, yang mengandung gizi yang menyehatkan serta tidak membahayakan tubuh dan akal (Mustafa, 1992). Ahli tafsir menyatakan bahwa kata (طيبا) berarti makanan yang tidak kotor dari segi zatnya atau rusak

(kadaluarsa) atau dicampuri benda najis dan senyawa berbahaya. Ada juga yang mengartikan sebagai makanan yang mengandung selera bagi yang akan memakanya atau tidak membahayakan fisik dan akal.

Memilih makanan yang tidak hanya halal, tetapi juga baik telah dianjurkan kepada seluruh manusia. Makanan yang baik adalah makanan yang memiliki nilai gizi tinggi dapat menjaga keseimbangan hormon yang ada pada tubuh. Makanan berfungsi sebagai sumber energi yang akan mengalir pada darah manusia. Jika yang dimakan adalah makanan yang halal dan memiliki nilai gizi yang tinggi maka akan mampu mendorong seseorang untuk lebih sehat dan lebih mudah menjalankan aktivitas sehingga mampu menunaikan ibadah yang sempurna. Selain itu, makanan yang halal juga akan mempengaruhi diterima atau tidaknya do'a dan amal ibadah (Nisak, 2014).

Salah satu gizi dalam makanan yang diperlukan oleh tubuh adalah vitamin. Kecukupan vitamin dalam tubuh, dapat dipenuhi dengan mengkonsumsi sayur - sayuran seperti bayam, kangkung sawi dan lain - lainnya. Bayam adalah salah satu sayuran yang memiliki kandungan gizi yang cukup tinggi. Menurut Morris (2008) dalam 100 gram daun bayam mengandung 100 mg zat besi, vitamin A 40 mg, vitamin C 503 mg dan kandungan gizi lainnya.

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, daun bayam yang dijual supermarket telah tercemar logam berat timbal yang telah melebihi kadar maksimum dari SNI (Standar Nasional Indonesia). Kadar maksimum timbal pada sayur - sayuran adalah 0,5 mg/Kg, sedangkan kadar timbal pada penelitian ini didapatkan sebesar 13,451 mg/Kg. Hasil ini sangat melampaui batas karena logam timbal apabila berlebihan akan menyebabkan berbagai macam penyakit

kronis didalam tubuh bahkan kondisi terparah yaitu kematian. Timbal yang masuk dalam tubuh bisa saja tidak mengakibatkan gangguan kesehatan. Salah satu cara yang dapat kita lakukan adalah mengatur asupan harian untuk mengkonsumsi bayam, karena tubuh kita dapat menerima timbal dalam batas - batas tertentu. Menurut Naria (1999), untuk mengantisipasi akumulasi timbal didalam tubuh, ditetapkan *Provisional Tolereble Weekly Intake* (PTWI) timbal yaitu 50 µg/Kg BB untuk anak - anak, sedangkan untuk orang dewasa asupan harian timbal yang ditetapkan adalah 200 – 300 µg/Kg BB per hari.

Oleh karenanya mengkonsumsi bayam secara berlebihan juga tidak baik untuk kesehatan. Alloh SWT tidak suka melihat manusia berlebih - lebihan dalam berbagai hal terutama dalam hal makan. Sebagaimana telah dijelaskan dalam firman- Nya Q.S al- A'raf (7) : 31,

يٰۤاٰدَمُ خُذُوْا زِيْنَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَاشْرَبُوْا وَلَا تُسْرِفُوْا اِنَّهٗ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِيْنَ ۝۳۱

Artinya :

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

Selain itu Allah SWT juga berfirman dalam QS. Thaaha (20) : 81,

كُلُوْا مِنْ طَيِّبٰتِ مَا رَزَقْنٰكُمْ وَلَا تَطْغَوْا فِيْهِ فَيَحِلَّ عَلَيْكُمْ غَضَبِيْ وَمَنْ يَحِلَّ عَلَيْهِ غَضَبِيْ فَقَدْ هَوٰى ۝۸۱

Artinya :

“Makanlah di antara rezeki yang baik yang telah Kami berikan kepadamu, dan janganlah melampaui batas padanya, yang menyebabkan kemurkaan-Ku

menimpamu. Dan barangsiapa ditimpa oleh kemurkaan-Ku, maka sesungguhnya binasalah ia”.

Ayat tersebut menjelaskan bahwa yang berlebih - lebih Allah SWT tidak menyukai orang - orang yang berlebih - lebih dalam makan, karena makan yang berlebihan akan menimbulkan dampak buruk bagi kesehatan. Organ yang dilakukan untuk metabolisme dan penyerapan zat makanan akan lebih mudah terserang penyakit apabila konsumsi makanan melebihi batas yang dibutuhkan oleh tubuh. Dalam hal ini Nabi SAW bersabda:

مَا مَلَأَ آدَمِيٌّ وَعَاءَ شَرًّا مِنْ بَطْنٍ حَسْبُ الْآدَمِيِّ لَقِيْمَاتٌ يُقَمَّنُ صُلْبُهُ فَإِنْ غَلَبَتْ الْآدَمِيَّ نَفْسُهُ
فَتَلَّتْ لِلطَّعَامِ وَتَلَّتْ لِلشَّرَابِ وَتَلَّتْ لِلنَّفْسِ

Artinya :

“ Tidak ada bejana yang lebih buruk yang diisi oleh manusia melainkan perutnya sendiri. Cukuplah seseorang itu mengkonsumsi beberapa kerat makanan yang dapat menegakkan tulang punggungnya. Jika terpaksa maka ia bisa mengisi sepertiga perutnya dengan makanan, sepertiga lagi dengan minuman dan sepertiga sisanya untuk nafas. “ (HR. Ahmad dan Tirmidzi).

Hadist tersebut memberikan pelajaran bahwa kita tidak boleh sembarangan mengkonsumsi makanan. Terdapat aturan dan batasan - batasan untuk menjaga keseimbangan tubuh. Hal itu agar terjadi stabilitas dan harmonisasi antara tubuh dan jiwa manusia. Sehingga manusia mempunyai kekuatan, tidak hanya jasmani akan tetapi juga memiliki jiwa ruhaniyah yang tangguh. Semua ciptaan Allah SWT baik yang ada di lautan maupun di daratan merupakan bukti tanda - tanda kekuasaan Allah SWT.

Segala sesuatu yang terkandung didalamnya mengandung banyak hikmah atau pelajaran yang dapat diambil oleh kaum ulul albab, yaitu kaum yang memiliki kesadaran yang benar, membuka mata hati mereka untuk menerima

ayat - ayat kauniyah Allah SWT. Mereka menghadap Allah SWT dengan hati mereka dalam keadaan berdiri, duduk dan berbaring lalu mata hati dan kesadaran mereka terbuka. Oleh sebab itu kita harus senantiasa bersyukur dan bertakwa kepada Allah.



BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian tentang penentuan kadar logam timbal (Pb) pada daun bayam menggunakan destruksi basah secara spektroskopi serapan atom (SSA) ini adalah sebagai berikut :

1. Metode destruksi dan zat pengoksidasi yang terbaik dalam menganalisa kadar logam Timbal (Pb) dalam sampel bayam adalah metode destruksi basah tertutup (*Refluks*) dengan menggunakan zat pengoksidasi campuran HNO_3 HClO_4 (1 :1) dengan diperoleh konsentrasi logam Pb dalam larutan yang paling besar yaitu 13,451 mg/Kg.
2. Konsentrasi logam timbal (Pb) yang diperoleh rata - rata pada sampel adalah bayam merah sebesar 10,114 mg/Kg, dan bayam hijau 10,518 mg/Kg. Hasil dari analisis didapatkan kadar yang telah melebihi kadar yang telah ditetapkan SNI yaitu 0,5 mg/Kg.

5.2 Saran

Untuk penelitian lebih lanjut penulis memberikan saran apabila menggunakan sampel daunan atau tumbuhan segar lebih baik dikeringkan terlebih dahulu, agar kadar yang didapatkan seperti yang diinginkan, serta dilakukan uji perbandingan menggunakan variasi pendestruksi lain seperti mendominasi asam perklorat dibanding nitrat dan metode destruksi microwave.

DAFTAR PUSTAKA

- Almatsier, S. 2010. *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta. PT. Gramedia Pustaka Utama.
- Antari, A.A Raka Juni dan I. K. Sundra. 2002. Kandungan Pb pada Tanaman Peneduh Jalan Di Kota Denpasar. *Jurnal*. Universitas Udayana. Denpasar.
- Anwar, Ali. 2007. Tinjauan Islam Terhadap Makanan dan Minuman. Tersedia di <http://www.unpas.ac.id/file:///D:/aims/pangan%20halal/pangan%20dalam%20pandangan%20islam.htm>. Diakses 21 Juni 2016.
- Apriyantono. 1989. *Analisis Pangan*. Bandung: Departemen Pendidikan Dan Kebudayaan Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi Pusat Antar Universitas, IPB.
- Ariestanti, E. 2002. Cemaran Logam Berat Pb pada Sayuran dan Rambut di Kota Bogor, Cipanas dan Sukabumi. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Aziz, V. 2007. Analisis Kandungan Sn, Zn, Dan Pb Dalam Susu Kental Manis Kemasan Kaleng Secara Spektroskopi Serapan Atom. *Skripsi Tidak diterbitkan*. Jurusan Ilmu Kimia Fakultas Ilmu Kimia Dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.
- Azizah, Begum F, dan Diana C.D. 2014. Penentuan Kadar Timbal Menggunakan Detruksi Ultrasonik Secara Spektroskopi Serapan Atom. *Green Technology 3*. Jurusan kimia fakultas sainstek Universitas Islam Negeri Maulana malik Ibrahim Malang. Malang.
- Bortolli, A., Gerotto, M., Machoiro, M., Palonta, dan T., Attioli. 1995. *Analytical Problems in Mercury Analysis of Seafood*. Ann, 1st. Sanita. 31: 359-362.
- BPOM Nomor 03723/B/SK/VII/1989. *Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Produk Pasaran*. (BPOM) Badan Pengawasan Obat dan Makanan.
- Cahyadi, W. 2004. *Bahaya Pencemaran Timbal Pada Makanan dan Minuman*. Bandung: Fakultas Teknik UNPAS, Departemen Farmasi Pascasarjana ITB.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI Press.
- Departemen Kesehatan. 2001. *Kerangka Acuan Uji Petik Kadar Timbal (Pb) pada Spesimen Darah Kelompok Masyarakat Berisiko Tinggi Pencemaran Timbal*. Ditjen PPM dan PLP Departemen Kesehatan RI Jakarta.

- Dwinta R, Nurla N, dan syarifudin L. 2015 Potensi Bayam Duri (*Amaranthus spinosus L.*) Sebagai Tanaman Hiperakumulator Ion Logam Timbal (Pb). Makassar : Jurusan kimia, FMIPA, Universitas Hasanuddin.
- Haris, A. dan Gunawan. 1992. “*Prinsip dasar Spektrofotometri Serapan Atom*”. Badan Pengelolah MIPA-UNDIP. Semarang. Hal 55-56.
- Hidayat, Y.S. 2015. Penentuan Kadar Timbal (Pb) Pada Coklat Batang menggunakan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi S-1*. Malang. Jurusan kimia fakultas sains dan tekhnologi. Universitas islam negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Inayah, S. N., Las, T., & Yunita, E. 2010. *Kandungan Pb Pada Daun Angsana (Pterocarpus indicus) dan Rumpul Gajah Mini (Axonopus.Sp) Di Jalan Protokol Kota Tangerang*. Valensi (Vol. 2).
- Irwan, A., Komari, N., & Nova, Y. E. 2008. Kajian Penyerapan Logam Cd, Ni dan Pb dengan Variasi Konsentrasi pad Akar, Batang dan Daun Tanaman Bayam (*Amaranthus tricolor L.*). *Sains Dan Terapan Kimia*, 2 (Juli 2008), 53 – 63.
- Jaimin A.D. 2011. Perbandingan Kadar Timbal (Pb) Pada Sayuran Bayam Yang Dijual Di Pasar Tradisional dan Pasar Modern. *Skripsi-S1*. Medan: Fakultas Kedokteran Universitas Sumatera Utara.
- Katsir.I. 2007. *Tafsir Ibnu Katsir*. Jakarta: Pustaka Imam Syafi'i.
- Khopkar, S. M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Kristanto, P. 2002. *Ekologi Industri*. Andi. Yogyakarta.
- Lingga, L. 2010. *Cerdas Memilih Sayuran*. Jakarta: Penerbit Agro Media Pustaka.
- Malik, Eugenia P. Lal And Zahoor Ahmad Mir. 2014. Diverse Effect Of Cadmium And Lead On Growth And Yield Of Carrot (*Daucus Carota*). *Department of Biological Sciences*, Sam Higginbottom Institute of Agriculture, Technology and Sciences Allahabad, India.
- Mardja, D. 2000. Pengaruh Jarak dan Waktu Pemaparan Timbal (Pb) pada asap kendaraan bermotor terhadap bayam (*Amaranthus sp.*). *Proyek Proposal Lp*. UNAND.
- Mendhulkar V.D. and Kharat Sopan N. (2015). Elsevier evier Bibliographic databas tabases. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 6(2), 36–52. [http://doi.org/6\(2\)\(B\)36-52-April-2015](http://doi.org/6(2)(B)36-52-April-2015).

- Morris, R. 2008. *Amaranthus hybridus*, *Amaranthus gangeticus*, *Amaranthus spinosus*, and *amaranthus blitum*. England : Plant For a future.
- Muchtadi. 2009. *Destruksi Basah dan Kering*. Makasar: UNHAS Press.
- Mukono, J.K.; Sugijanto, H.; dan Laksminiwati, E. 1991. *Laporan Penelitian: Status Kesehatan dan Kadar Pb (timah hitam) darah pada karyawan SPBU di Jawa Timur*. Surabaya: Lembaga Penelitian Universitas Airlangga Surabaya.
- Mulyani, Nur A, Sabikis, Anjar, Mahardian K. 2012. *Analisis Cemaran Logam Timbal (Pb) Dalam Daun Caisin (Brassica Juncea L.) Ditanam Di Lokasi Ramai Dan Sepi Lalu Lintas Kendaraan Bermotor*. Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Puwokerto.
- Mustafa, D; Abdullah, Z dan Lukman, H.1991. Penentuan Intensitas Timbal (Pb) Di Udara di Daerah Teluk Bayur Padang. *dalam Kimia dan Sumber Daya Alam*. disunting oleh Hamzar Suyani. Pusat Penelitian Unand, Padang.
- Naser, H. M., Shil, N., Mahmud, N., Rashid, M., & Hossain, K. 2010. Lead, cadmium and nickel contents of vegetables grown in industrially polluted and non-polluted areas of Bangladesh. *Bangladesh Journal of Agricultural Research*, 34(4), 545–554. <http://doi.org/10.3329/bjar.v34i4.5831>
- Nisak, Siti K. 2014. Pengaruh Pemberian Minyak Goreng *Deep Frying* Berulang Empat Kali Lebih Terhadap Gambaran Histologi Hepar Tikus Putih (*Rattus norvegicus strain wistar*). *Skripsi S-1*. Fakultas Kedokteran. Universitas Muhammadiyah
- Novita, Yulian. dan Tarzan P. 2012. Penyerapan Logam Timbal (Pb) dan Kadar Klorofil *Elodea canadensis* pada Limbah Cair Pabrik Pulp dan Kertas. *Lentera Bio* 1(1): 1-8.
- Nuraini, T. 2011. Metode Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sosis Kaleng Menggunakan Destruksi Basah Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi UIN Malang.
- Nuzula, F. 2004. Adsorpsi Cd^{2+} , Ni^{2+} dan Mg^{2+} pada 2-Merkapto Benzimidazol yang Diimobilisasikan pada Silika Gel. *Thesis*. FMIPA UGM Yogyakarta.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. PT. Rineka Cipta, Jakarta.
- Purnamisari, RM. 2012. Analisis Timbal, Tembaga, Kadmium pada Daun dan Batang Selada, Bayam Merah dan Genjer secara Spektroskopi Serapan Atom. *Skripsi S-1 Prodi Ekstensi Farmasi*. FMIPA. Universitas Indonesia. Jakarta.

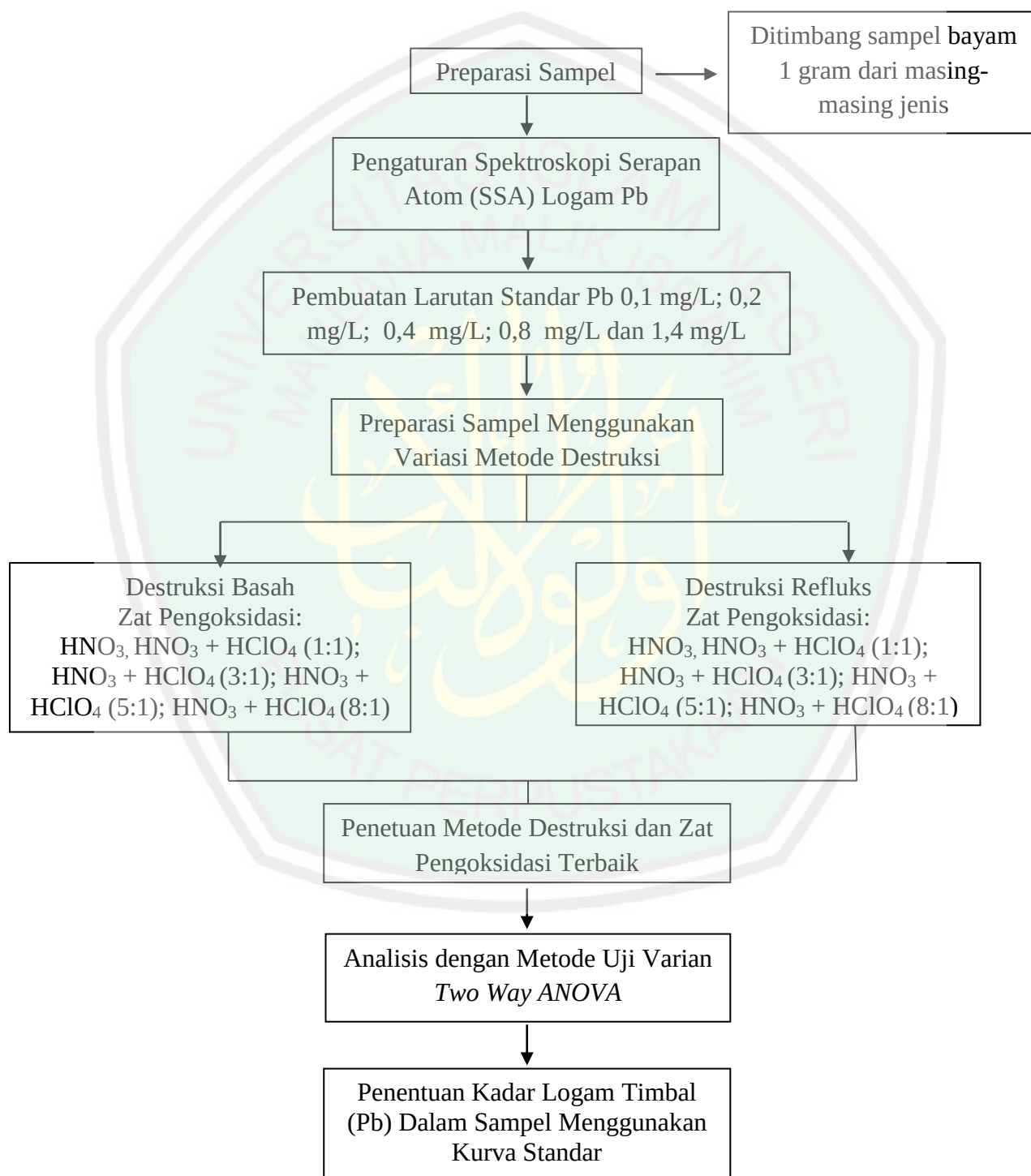
- Raimon. 1993. Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektroskopi Serapan Atom. *Lokakarya Nasional*. Yogyakarta: Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia.
- Ratnaningsih, A. 2004. Pengaruh Kadmium Terhadap Gangguan Patologik pada Ginjal Tikus Percobaan. *Jurnal Marematika, Sains dan Teknologi*, 5:53-63.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Rukmana, R., 2005. *Bertanam Sayuran Dipekarangan*. kanisius, yogyakarta.
- Sanra Y., T. Abu H., dan subardi B. 2004. *Analisis Kandungan Logam Timbal Pada Tanaman Tomat (Solanum Lycopersicum L.) Yang Ditanam Dipinggir Jalan Raya Kecamatan Aur Brigo Tigo Baleh Bukit Tinggi*. FMIPA. Universitas Riau. Riau.
- Shelby, A. 2010. *Makanan Berkhasiat: 25 makanan bergizi super untuk kesehatan prima*. Jakarta: Erlangga.
- Shihab,Q.1997. Wawasan Al-Qur'an dan Tafsir Maudhui Atas Pelbagai Persoalan Ummat. Bandung : Mizan.
- Shihab,Q.1997. Membumikan Al-Qur'an Fungsi dan Peran Wahyu dalam Kehidupan Masyarakat. Bandung : Mizan.
- Siregar, Edi Batara Mulya. 2005. Pencemaran Udara, Respon Tanaman dan Pengaruhnya Pada Manusia. *Fakultas Pertanian*. Universitas Sumatera Utara.
- Setyaningrum, A., & Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Ca, Na, dan K dalam Nugget Ayam-Rumput Laut (*Eucheuma cottonii*). *Jurnal Sains Dan Seni Pomits*, 2(1), C-60 – C-63.
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh Secara Kering dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis. Proseding Seminar Nasional Metode Analisis. *Lembaga Kimia Nasional*. Jakarta: LIPI
- Supriatna, N. 2007: *Bercocok tanam sayuran*. Jakarta: Azka Mulia Media.
- Susilowati,T. 2009. Timbal (Pb), [Http://susi-chemy.Blogspot.com](http://susi-chemy.blogspot.com) (Diakses 1 Mei 2015).
- SNI 7387. 2009. Batas Maksimum Cemarkan Logam dalam Pangan. *SNI (Standar Nasional Indonesia)*.
- Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*. Yogyakarta: Laboratorium Instrumentasi Terpadu UII.

- Triani, I. L. 2010, Kandungan Pb dan Cd Pada Tanaman Kangkung (*Ipomea aquatic Forsk*) yang Ditanam di Sekitar Jalan Ida Bagus Mantra menuju Klungkung. *Laporan penelitian Dosen Muda*. Universitas Udayana. Bali.
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatis Makro Dan Semimikro*. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka.
- Widaningrum, Miskiyah, dan suismono. 2007. Bahaya Kontaminasi Logam Berat Dalam Sayuran Dan Alternatif Pencegahan Cemaranya. *Buletin teknologi pascapanen pertanian vol.32007*.



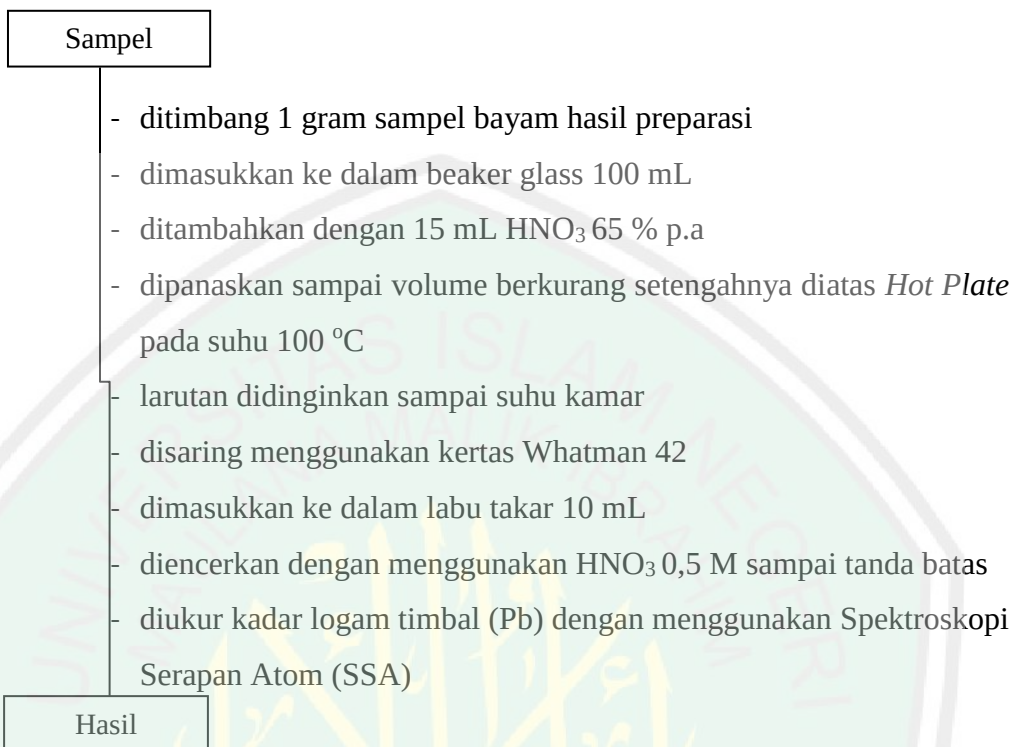
LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian

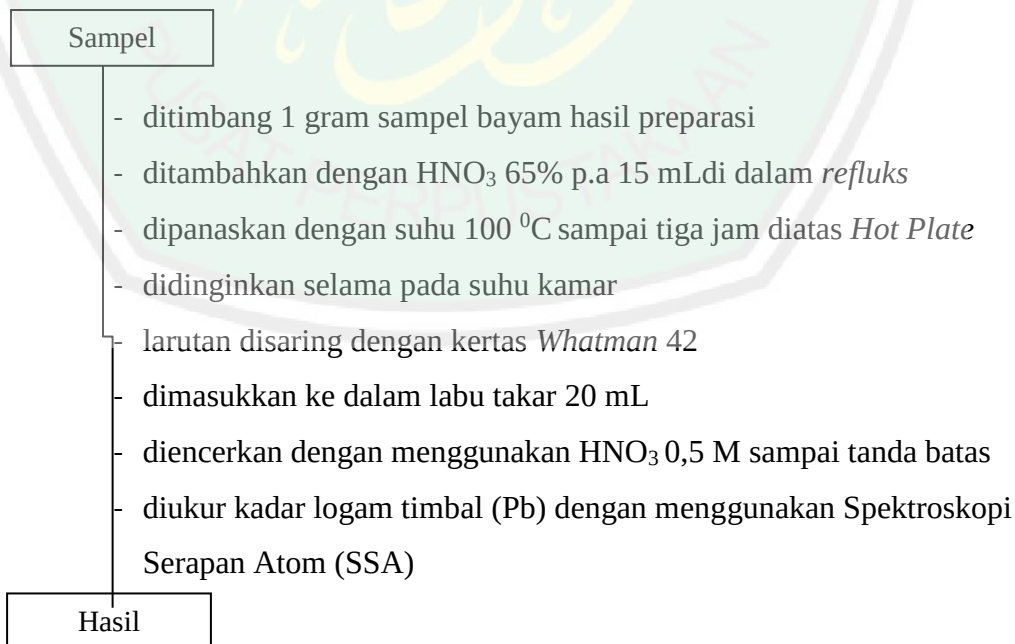


4. Preparasi Sampel Menggunakan Variasi Metode Destruksi

➤ Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah



➤ Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Refluks



5. Penentuan Oksidator Terbaik Pada Timbal (Pb) Dalam Sampel

Sampel

- dilakukan pengulangan dengan jenis larutan oksidator yang berbeda pada destruksi basah. Sehingga didapatkan variasi seperti tabel berikut:

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

- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
- dianalisis dengan metode uji varian *Two Way ANOVA* untuk mengetahui apakah penggunaan metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi terbaik mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi

Hasil

6. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sampel Menggunakan Kurva Standar

Sampel

- diambil sebanyak 1 gram sampel bayam jenis bayam merah dan bayam hijau
- dilakukan analisis dengan menggunakan metode destruksi dan larutan oksidator terbaik yang telah diperoleh
- dilakukan uji kadar timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dilakukan pengukuran sebanyak 3

Hasil

Lampiran 3

Perhitungan Preparasi Bahan

2.1 Pembuatan Larutan Stok 100 ppm Pb^{2+} dalam persenyawaan $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$

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

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

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

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

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

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

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

2.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

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

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

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

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

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

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

b. Pembuatan larutan standar 0,1 mg/L

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

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

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

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

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

c. Pembuatan larutan standar 0,2 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 1,0 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{0,2 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}
 \end{aligned}$$

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

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

d. Pembuatan larutan standar 0,4 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}
 \end{aligned}$$

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

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

e. Pembuatan larutan standar 0,8 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= M_2 \times V_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}
 \end{aligned}$$

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

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

f. Pembuatan larutan standar 1,4 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}}
 \end{aligned}$$

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

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

3. Pembuatan HNO_3 0,5 M

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

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

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

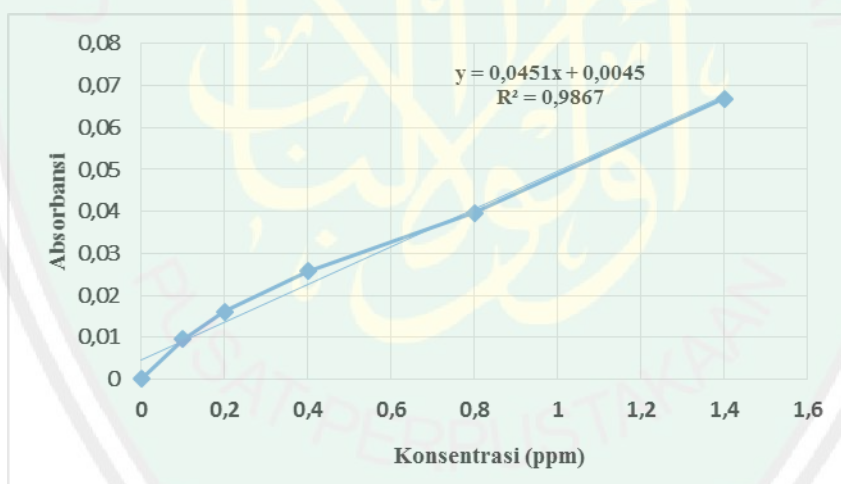
$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

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

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

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

4. Hasil Uji Linearitas dan Sensitivitas



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

5. Hasil Uji LOD dan LOQ

Sampel	Konsentrasi (ppm)	y	$\hat{y}$	(y- $\hat{y}$)	(y- $\hat{y}$) ²
Blangko	0,00	0,00	0,0000	0,0000	0,00000000
Standar 1	0,1	0,0095	0,0094	0,0001	0,00000001
Standar 2	0,2	0,0161	0,0160	0,0001	0,00000001
Standar 3	0,4	0,0257	0,0256	0,0001	0,00000001
Standar 4	0,8	0,0396	0,0395	0,0001	0,00000001
Standar 5	1,4	0,0669	0,0668	0,0001	0,00000001
Jumlah					0,00000005
SD X/Y					0,0001
LOD					0,00665188
LOQ					0,02217295

Y = Absorbansi
 $\hat{y}$ = “y” yang diregresikan pada garis regresi
 SD x/y = Standar Deviasi x/y
 LOD = limit deteksi
 LOQ = limit kuantitas

$$\begin{aligned}
 \text{a. SD x/y} &= \sqrt{\sum ((y - \hat{y})^2 : (n - 1))} \\
 &= \sqrt{0,00000005 : (6 - 1)} \\
 &= 0,0001
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{b. LOD} &= \frac{3 \times \text{SD x/y}}{\text{slope}} \\
 &= \frac{3 \times 0,0001}{0,0451} \\
 &= 0,00665188 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{c. LOQ} &= \frac{10 \times \text{SD x/y}}{\text{slope}} \\
 &= \frac{10 \times 0,0001}{0,0451} \\
 &= 0,02217295 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

6. Hasil Uji Akurasi

1. 0,1 ppm

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0451x + 0,0045 \\
 0,0095 &= 0,0378x + 0,0076 \\
 0,0095 - 0,0045 &= 0,0451x \\
 x &= 0,1108 \text{ ppm} \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,1108 \text{ ppm}}{0,1 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 110,8 \%
 \end{aligned}$$

2. 0,2 ppm

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0451x + 0,0045 \\
 0,0161 &= 0,0451x + 0,0045 \\
 0,0161 - 0,0045 &= 0,0451x \\
 x &= 0,2572 \text{ ppm} \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,2572 \text{ ppm}}{0,2} \times 100 \% \\
 &= 128,6 \%
 \end{aligned}$$

3. 0,4 ppm

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0451x + 0,0045 \\
 0,0257 &= 0,0451x + 0,0045 \\
 0,0257 - 0,0045 &= 0,0451x \\
 x &= 0,4700 \text{ ppm} \\
 \% \text{ recovery} &= \frac{0,4700 \text{ ppm}}{0,4 \text{ ppm}} \times 100 \% \\
 &= 117,5 \%
 \end{aligned}$$

4. 0,8 ppm

$$\begin{aligned}
 y &= 0,0451x + 0,0045 \\
 0,0351 &= 0,0451x + 0,0045 \\
 0,0351 - 0,0045 &= 0,0451x \\
 x &= 0,7782 \text{ ppm}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ recovery} &= \frac{0,7782 \text{ ppm}}{0,8 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 97,28 \%\end{aligned}$$

5. 1,4 ppm

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

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

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

$$x = 1,3835$$

$$\begin{aligned}\% \text{ recovery} &= \frac{1,3835 \text{ ppm}}{1,4 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 98,82 \%\end{aligned}$$

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

a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

Metode	Zat Pengoksidasi				
	HNO ₃	HNO ₃ + HClO ₄ (1:1)	HNO ₃ + HClO ₄ (1:3)	HNO ₃ + HClO ₄ (1:5)	HNO ₃ + HClO ₄ (1:8)
Destruksi Basah Terbuka	0,08 mg/L	0,63 mg/L	0,49 mg/L	0,57 mg/L	0,65 mg/L
	0,04 mg/L	0,62 mg/L	0,43 mg/L	0,57 mg/L	0,64 mg/L
	0,09 mg/L	0,64 mg/L	0,29 mg/L	0,54 mg/L	0,67 mg/L
Destruksi Basah Tertutup	0,36 mg/L	0,68 mg/L	0,54 mg/L	0,42 mg/L	0,37 mg/L
	0,33 mg/L	0,64 mg/L	0,58 mg/L	0,42 mg/L	0,40 mg/L
	0,32 mg/L	0,70 mg/L	0,60 mg/L	0,45 mg/L	0,40 mg/L

b. Kadar Sebenarnya

Metode	Zat Pengoksidasi				
	HNO ₃	HNO ₃ + HClO ₄ (1:1)	HNO ₃ + HClO ₄ (1:3)	HNO ₃ + HClO ₄ (1:5)	HNO ₃ + HClO ₄ (1:8)
Destruksi Basah Terbuka	0,799 mg/L	6,296 mg/L	4,888 mg/L	5,547 mg/L	6,498 mg/L
	0,399 mg/L	6,195 mg/L	4,296 mg/L	5,521 mg/L	5,772 mg/L
	0,899 mg/L	6,396 mg/L	2,897 mg/L	5,396 mg/L	6,696 mg/L
Destruksi Basah Tertutup	7,179 mg/L	13,589 mg/L	10,791 mg/L	8,390 mg/L	7,390 mg/L
	6,591 mg/L	12,789 mg/L	11,591 mg/L	8,387 mg/L	8,387 mg/L
	6,397 mg/L	13,976 mg/L	11,989 mg/L	8,993 mg/L	8 mg/L

a. Destruksi Basah Terbuka

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

➤ Pelarut HNO₃

$$A1 = \frac{\left(0,08 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0012 \text{ gr})}$$

$$= 0,7990 \text{ mg/kg}$$

$$A2 = \frac{\left(0,04 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0006 \text{ gr})}$$

$$= 0,3997 \text{ mg/kg}$$

$$A3 = \frac{\left(0,09 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0003 \text{ gr})}$$

$$= 0,8997 \text{ mg/kg}$$

- Pelarut HNO_3 : HClO_4

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

➤ Perbandingan (1 : 1)

$$B1 = \frac{\left(0,63 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0002 \text{ gr})}$$

$$= 6,296 \text{ mg/kg}$$

$$B2 = \frac{\left(0,62 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0008 \text{ gr})}$$

$$= 6,195 \text{ mg/kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,64 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0007 \text{ gr})}$$

$$= 6,396 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan (1 : 3)

$$C1 = \frac{\left(0,49 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0023 \text{ gr})}$$

$$= 4,888 \text{ mg/kg}$$

$$C2 = \frac{\left(0,43 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0009 \text{ gr})}$$

$$= 4,296 \text{ mg/kg}$$

$$C3 = \frac{\left(0,29 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0008 \text{ gr})}$$

$$= 2,987 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan (1:5)

$$D1 = \frac{\left(0,57 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0274 \text{ gr})}$$

$$= 5,547 \text{ mg/kg}$$

$$D2 = \frac{\left(0,57 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0323 \text{ gr})}$$

$$= 5,521 \text{ mg/kg}$$

$$D3 = \frac{\left(0,54 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0007 \text{ gr})}$$

$$= 5,396 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan (1:8)

$$E1 = \frac{\left(0,65 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0003 \text{ gr})}$$

$$= 6,498 \text{ mg/kg}$$

$$E2 = \frac{\left(0,64 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,1087 \text{ gr})}$$

$$= 5,772 \text{ mg/kg}$$

$$E3 = \frac{\left(0,67 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10}{(1,0005 \text{ gr})}$$

$$= 6,696 \text{ mg/kg}$$

b. Destruksi Basah Tertutup

➤ Pelarut HNO_3

$$A1 = \frac{\left(0,36 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0028 \text{ gr})}$$

$$= 7,179 \text{ mg/kg}$$

$$A2 = \frac{\left(0,33 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0013 \text{ gr})}$$

$$= 6,591 \text{ mg/kg}$$

$$A3 = \frac{\left(0,32 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0005 \text{ gr})}$$

$$= 6,397 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan 1 : 1

$$B1 = \frac{\left(0,68 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0008 \text{ gr})}$$

$$= 13,589 \text{ mg/kg}$$

$$B2 = \frac{\left(0,64 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0078 \text{ gr})}$$

$$= 13,589 \text{ mg/kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,70 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0017 \text{ gr})}$$

$$= 13,589 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan 3 : 1

$$C1 = \frac{\left(0,54 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0008 \text{ gr})}$$

$$= 10,791 \text{ mg/ kg}$$

$$C2 = \frac{\left(0,58 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0007 \text{ gr})}$$

$$= 11,591 \text{ mg/ kg}$$

$$C3 = \frac{\left(0,60 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0008 \text{ gr})}$$

$$= 11,99 \text{ mg/ Kg}$$

➤ Perbandingan 5 : 1

$$D1 = \frac{\left(0,42 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0011 \text{ gr})}$$

$$= 8,390 \text{ mg/ kg}$$

$$D2 = \frac{(0,42 \frac{\text{mg}}{\text{L}}) \times 20}{(1,0015 \text{ gr})}$$

$$= 8,387 \text{ mg/ kg}$$

$$D3 = \frac{(0,45 \frac{\text{mg}}{\text{L}}) \times 20}{(1,0007 \text{ gr})}$$

$$= 8,993 \text{ mg/kg}$$

➤ Perbandingan 8 : 1

$$E1 = \frac{(0,37 \frac{\text{mg}}{\text{L}}) \times 20}{(1,0009 \text{ gr})}$$

$$= 7,39 \text{ mg/ kg}$$

$$E2 = \frac{(0,40 \frac{\text{mg}}{\text{L}}) \times 20}{(1,0012 \text{ gr})}$$

$$= 7,990 \text{ mg/kg}$$

$$E3 = \frac{(0,40 \frac{\text{mg}}{\text{L}}) \times 20}{(1,0002 \text{ gr})}$$

$$= 7,998 \text{ mg/ kg}$$

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

a. Kadar Yang Terbaca Instrumen

Sampel Sayur Bayam	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
Bayam Merah	0,52 mg/l	0,49 mg/l	0,51 mg/l
Bayam Hijau	0,54 mg/l	0,51 mg/l	0,53 mg/l

b. Kadar Sebenarnya

Sampel Sayur Bayam	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb)		
Bayam Merah	10,378 mg/kg	9,773 mg/ kg	10,192 mg/ kg
Bayam Hijau	10,773 mg/kg	10,197 mg/kg	10,584 mg/ kg

a. Bayam Merah

$$M1 = \frac{\left(0,52 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0021 \text{ gr})}$$

$$= 10,378 \text{ mg/Kg}$$

$$M2 = \frac{\left(0,49 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0028 \text{ gr})}$$

$$= 9,773 \text{ mg/Kg}$$

$$M3 = \frac{\left(0,51 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0008 \text{ gr})}$$

$$= 10,192 \text{ mg/kg}$$

b. Bayam Hijau

$$H1 = \frac{\left(0,54 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0025 \text{ gr})}$$

$$= 10,773 \text{ mg/kg}$$

$$H2 = \frac{\left(0,51 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0003 \text{ gr})}$$

$$= 10,197 \text{ mg/kg}$$

$$H3 = \frac{\left(0,53 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20}{(1,0015 \text{ gr})}$$

$$= 10,584 \text{ mg/Kg}$$

Lampiran 4. Dokumentasi



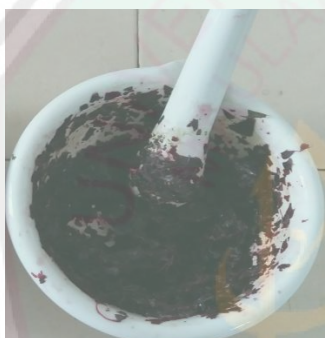
Sampel bayam hijau



Sampel bayam merah



Pencucian sampel



Hasil prearasi sampel
(bayam merah)



Hasil prearasi sampel
(bayam Hijau)



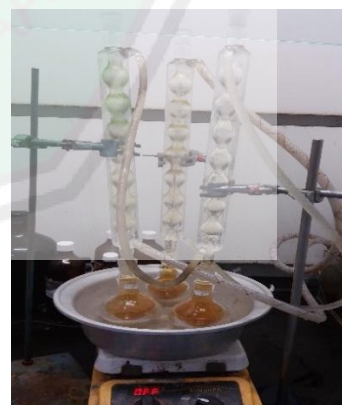
Hasil prearasi sampel
campuran



Proses penimbangan



Destruksi terbuka
(Hotplate)



Destruksi tertutup
(refluks)



Proses Penyaringan



Deret larutan hasil destruksi



Lampiran 5. Hasil Kadar dari SSA

Destruksi Basah Terbuka (*Hotplate*)

Variasi	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1 ; 1	0,63 mg/l	0,62 mg/l	0,64 mg/l
1 ; 3	0,49 mg/l	0,43 mg/l	0,29 mg/l
1 ; 5	0,57 mg/l	0,57 mg/l	0,54 mg/l
1 ; 8	0,65 mg/l	0,64 mg/l	0,67 mg/l
HNO ₃	0,08 mg/l	0,04 mg/l	0,09 mg/l

Destruksi Basah Tertutup (*Refluks*)

Variasi	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1 ; 1	0,68 mg/l	0,64 mg/l	0,7 mg/l
1 ; 3	0,54 mg/l	0,58 mg/l	0,6 mg/l
1 ; 5	0,42 mg/l	0,42 mg/l	0,45 mg/l
1 ; 8	0,37 mg/l	0,4 mg/l	0,4 mg/l
HNO ₃	0,36 mg/l	0,33 mg/l	0,32 mg/l

Hasil Masing- Masing Sampel

Jenis	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
Bayam Merah	0,52 mg/l	0,49 mg/l	0,51 mg/l
Bayam Hijau	0,54 mg/l	0,51 mg/l	0,53 mg/l

Lampiran 6. Hasil Statistik *Two Way ANOVA*

Univariate Analysis of Variance

Warnings

Post hoc tests are not performed for perlakuan because there are fewer than three groups.

Between-Subjects Factors

	N
ulangan 1	10
2	10
3	10
perlakuan 1	15
2	15

Descriptive Statistics

Dependent Variable: data

perlakuan	ulangan an	Mean	Std. Deviation	N
1	1	4.80560	2.328885	5
	2	9.46780	2.713515	5
	Total	7.13670	3.423574	10
2	1	4.43660	2.365014	5
	2	9.54900	2.555270	5
	Total	6.99280	3.556408	10
3	1	4.45680	2.487344	5
	2	10.06960	2.947464	5
	Total	7.26320	3.919418	10
Total	1	4.56633	2.223991	15
	2	9.69547	2.554922	15
	Total	7.13090	3.513240	30

Levene's Test of Equality of Error Variances^a

Dependent Variable: data

F	df1	df2	Sig.
.265	5	24	.928

Tests the null hypothesis that the error variance of the dependent variable is equal across groups.

a. Design: Intercept + ulangan + perlakuan + ulangan * perlakuan

Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable: data

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	198.807 ^a	5	39.761	5.997	.001
Intercept	1525.492	1	1525.492	230.066	.000
ulangan	.366	2	.183	.028	.973
perlakuan	197.310	1	197.310	29.757	.000
ulangan * perlakuan	1.131	2	.565	.085	.919
Error	159.136	24	6.631		
Total	1883.435	30			
Corrected Total	357.943	29			

a. R Squared = .555 (Adjusted R Squared = .463)

Estimated Marginal Means**1. ulangan**

Dependent Variable: data

ulangan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
			Lower Bound	Upper Bound
1	7.137	.814	5.456	8.817
2	6.993	.814	5.312	8.673
3	7.263	.814	5.583	8.944

2. perlakuan

Dependent Variable: data

perlakuan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
			Lower Bound	Upper Bound
1	4.566	.665	3.194	5.939
2	9.695	.665	8.323	11.068

3. ulangan * perlakuan

Dependent Variable: data

ulangan	perlakuan	Mean	Std. Error	95% Confidence Interval	
				Lower Bound	Upper Bound
1	1	4.806	1.152	2.429	7.182
	2	9.468	1.152	7.091	11.845
2	1	4.437	1.152	2.060	6.813
	2	9.549	1.152	7.172	11.926
3	1	4.457	1.152	2.080	6.834
	2	10.070	1.152	7.693	12.446

Post Hoc Tests
Ulangan
Homogeneous Subsets

	ulangan	N	Subset	
			1	
Tukey HSD ^{a, b}	2	10	6.99280	
	1	10	7.13670	
	3	10	7.26320	
	Sig.		.970	

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 6.631.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 10.000.

c. Alpha = .05.

Multiple Comparisons

Dependent Variable: data

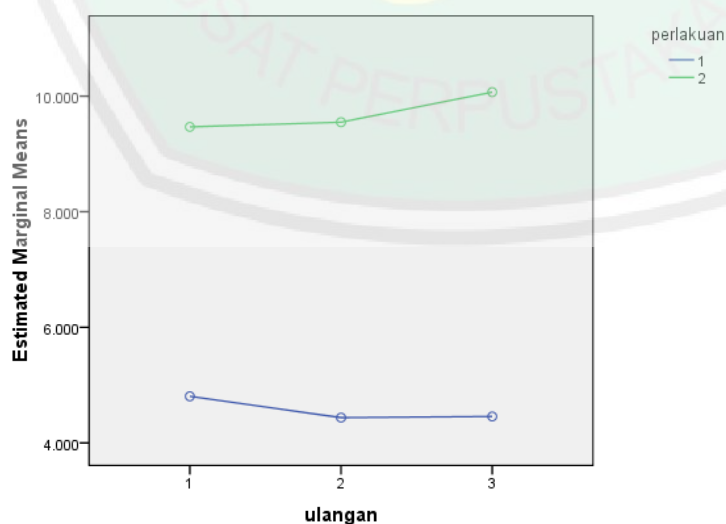
	(I)	(J)	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	1	2	.14390	1.151579	.991	-2.73192	3.01972
		3	-.12650	1.151579	.993	-3.00232	2.74932
	2	1	-.14390	1.151579	.991	-3.01972	2.73192
		3	-.27040	1.151579	.970	-3.14622	2.60542
	3	1	.12650	1.151579	.993	-2.74932	3.00232
		2	.27040	1.151579	.970	-2.60542	3.14622
Bonferroni	1	2	.14390	1.151579	1.000	-2.81985	3.10765
		3	-.12650	1.151579	1.000	-3.09025	2.83725
	2	1	-.14390	1.151579	1.000	-3.10765	2.81985
		3	-.27040	1.151579	1.000	-3.23415	2.69335
	3	1	.12650	1.151579	1.000	-2.83725	3.09025
		2	.27040	1.151579	1.000	-2.69335	3.23415

Based on observed means.

The error term is Mean Square(Error) = 6.631.

Profile Plots

Estimated Marginal Means of data



Lampiran 7

UJI BNT (Beda Nyata Terkecil)

Metode Terbaik

1. Mse	=	6.631
2. t (α dfe)	=	2,063898562
α	=	0,05
dfe	=	24
3. r	=	3
Nilai BNT	=	1,37

Variasi	Rata Rata	Notasi
HNO ₃	6,722	a
1 ; 8	8,257	b
1 ; 5	8,59	b
1 ; 3	11,457	c
1 ; 1	13,451	d

