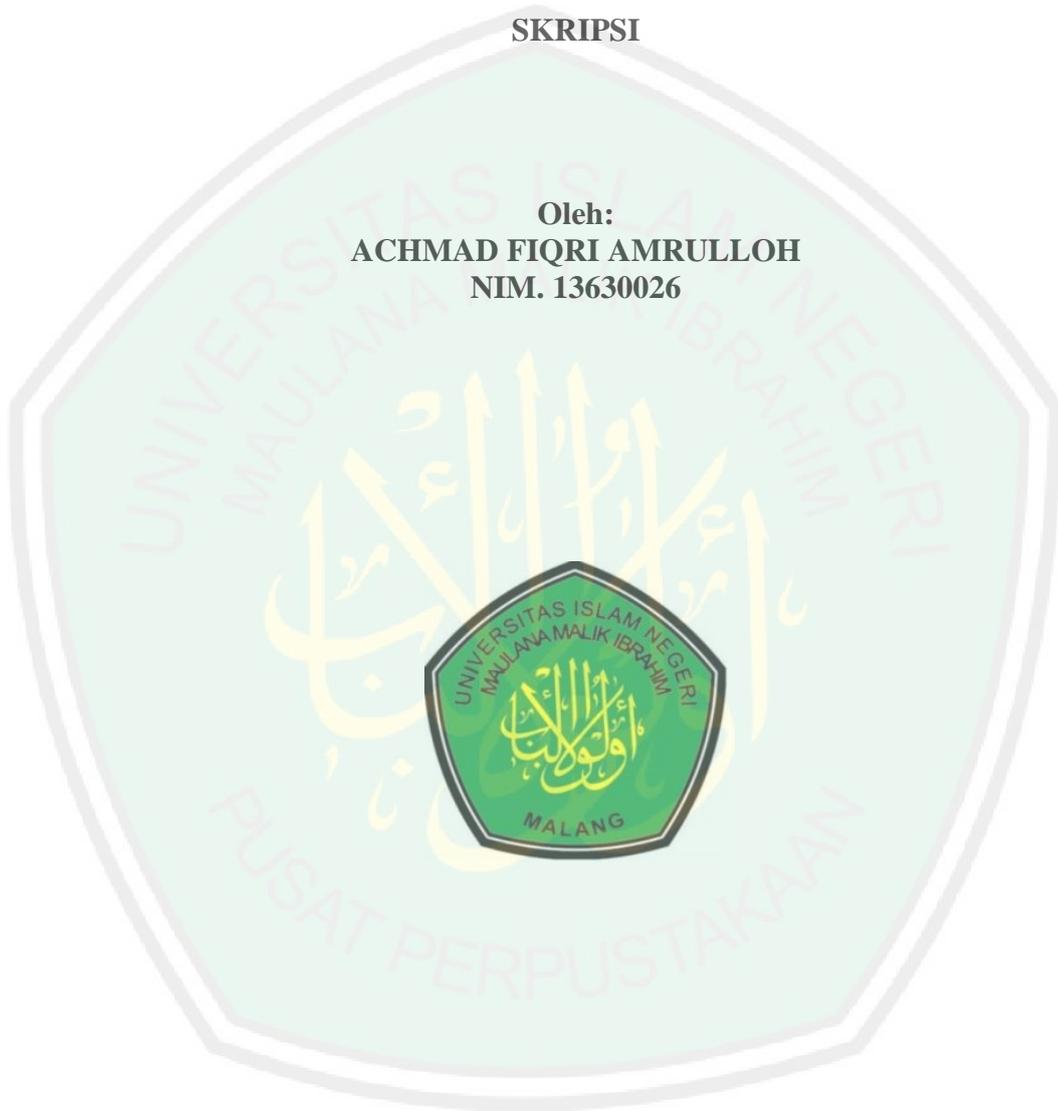


**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM JAMU PEGAL
LINU MENGGUNAKAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI SECARA
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
ACHMAD FIQRI AMRULLOH
NIM. 13630026



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM JAMU PEGAL
LINU MENGGUNAKAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI SECARA
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
ACHMAD FIQRI AMRULLOH
NIM. 13630026



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI
MAULANA MALIK IBRAHIM MALANG
2017**

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM JAMU PEGAL
LINU MENGGUNAKAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI SECARA
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

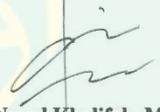
Oleh:
ACHMAD FIQRI AMRULLOH
NIM. 13630026

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 15 Maret 2017

Pembimbing I


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

Pembimbing II


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

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia


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

**PENENTUAN KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM JAMU PEGAL
LINU MENGGUNAKAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI SECARA
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
ACHMAD FIQRI AMRULLOH
NIM. 13630026

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 15 Maret 2017

Penguji Utama : Elok Kamilah Hayati, M.Si (.....)
NIP. 19790620 200604 2 002

Ketua Penguji : Rif'atul Mahmudah, M.Si (.....)
NIDT. 19830125 20160801 2 068

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

Anggota Penguji : Susi Nurul Khalifah, M.Si (.....)
NIPT. 20130902 2 317

Mengesahkan,
Ketua Jurusan Kimia

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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Achmad Fiqri Amrulloh
NIM : 13630026
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Jamu Pegal
Linu menggunakan Variasi Zat Pengoksidasi 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, 15 Maret 2017
Yang membuat pernyataan,



Achmad Fiqri Amrulloh
NIM. 13630026

PERSEMBAHAN

**Assalamu'alaikum. Wr. Wb.
Bismillah.....**

- ❖ **Kupersembahkan Skripsi ini untuk Ayah dan Ibu saya bahwasanya tiada kata yang bisa menggantikan segala sayang, usaha, semangat, dan juga uang yang telah dicurahkan untuk penyelesaian skripsi ini.**
- ❖ **Untuk ketiga adikku (Abdullah Fahmi, M. Findi Abdillah, dan M. Fiqih Fahreza) terimakasih untuk dukungannya. Teruntuk adikku Abdullah Fahmi yang sedang berjibaku dibangku kuliahnya, skripsi ini kupersembahkan untuk jadi motivasi. Luluslah lebih cepat dan lebih baik dari kakakmu ini.**
- ❖ **Tak lupa untuk rekan timku Mustofa terimakasih atas kerjasamanya "saling mengisi bro". Terimakasih pula untuk grup band Blink Heavy Metal (Lina, Isa, Nia, dan Hikmah) , Trio Macan Heavy Metal (Amel, Fitri, Ayu), Cahyani, Andri, Hafis (temen sekamarku 3 th) yang telah membantuku.**
- ❖ **Teman-teman kimia angkatan 2013 khususnya kelas A..perkuliahan tidak ada rasa jika tanpa kalian, tidak ada yang diceritakan pada masa depan. Mohon maaf jika ada salah kata. Sukses buat kalian semua. Amin..**



Sesuatu akan menjadi kebanggaan, jika sesuatu dikerjakan, dan bukan hanya dipikirkan.

Sebuah cita-cita akan menjadi kesuksesan, jika kita awali dengan bekerja untuk mencapainya. Bukan hanya impian.

Keep thinking the out of the box. Keep executing the inside of the box.

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) Dalam Jamu Pegal Linu Menggunakan Variasi Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”** dengan sebaik mungkin. Shalawat serta salam selalu penulis haturkan kepada Nabi Muhammad SAW, sosok teladan personal dalam membangun *role model* peradaban dan budaya pemikiran. Iringan doa dan ucapan teimakasih yang sebesar-besarnya penulis sampaikan kepada:

1. Ayah dan Ibu yang telah memberikan doa, moral dan materil kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
2. Bapak Prof. DR. H. Mudjia Raharjo, M.Si, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, drh., M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si, selaku Ketua Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen pembimbing I yang telah meluangkan waktu untuk senantiasa membimbing dan memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.
6. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen pembimbing II yang telah meluangkan waktu untuk senantiasa membimbing dan memberikan saran demi kesempurnaan skripsi ini.
7. Ibu Rif'atul Mahmudah, M.Si selaku dosen konsultan yang telah meluangkan waktu untuk memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat demi kesempurnaan skripsi ini.
8. Seluruh dosen dan laboran Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu,

pengetahuan, pengalaman dan wawasannya sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.

9. Teman-teman Jurusan Kimia Angkatan 2013 khususnya kelompok analitik serta semua mahasiswa Kimia Fakultas Sains dan teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan motivasi dan masukan kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
10. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan secara satu persatu dalam menyelesaikan skripsi ini baik berupa moril maupun materil.

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

Malang, 15 Maret 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
ABSTRAK	xiii
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	5
1.3 Tujuan Penelitian	6
1.4 Batasan masalah	6
1.5 Manfaat penelitian.....	6
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Jamu Pegal Linu	7
2.2 Cemaran Logam Berat Timbal (Pb) pada jamu dan Dampaknya Bagi Kesehatan.....	8
2.3 Metode Destruksi Basah Tertutup atau Refluks.....	9
2.4 Analisis Timbal (Pb) pada Jamu Menggunakan Variasi Jenis Pengkoksidasian.....	10
2.5 Analisis Logam Timbal (Pb) Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	14
2.5.1 Komponen-komponen Spektroskopi Serapan Atom (SSA).....	17
2.6 Uji One Way Annova.....	20
2.7 Makanan atau Minuman dalam Persepektif Islam	20
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	23
3.2 Alat dan Bahan.....	23
3.2.1 Alat.....	23
3.2.2 Bahan	23
3.3 Rancangan Penelitian	24
3.4 Tahapan Penelitian	24
3.5 Cara Kerja	25

3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel	25
3.5.2 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).....	25
3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)	25
3.5.4 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel	26
3.5.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Tiap Sampel Pegal Linu dengan Merk Berbeda.....	27
3.5.6 Analisa Data	28
 BAB IV PEMBAHASAN	
4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel	29
4.2 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	30
4.3 Pembuatan Kurva Standar	33
4.4 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel	35
4.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Tiap Sampel Pegal Linu dengan Merk Berbeda.....	40
4.6 Kajian Hasil Analisis dalam Persepektif Islam	43
 BAB V PENUTUP	
5.1 Kesimpulan	46
5.2 Saran.....	46
 DAFTAR PUSTAKA	47
LAMPIRAN	52

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dalam Beberapa Pestisida	9
Tabel 2.2 Kondisi SSA untuk Analisis Logam Timbal (Pb).....	19
Tabel 3.1 Variasi Zat Pengoksidasi dan Pengulangannya	26
Tabel 3.2 Variasi Sampel dan Pengulangan.....	27
Tabel 4.1 Kondisi Optimum Peralatan SSA Pada Timbal (Pb)	32
Tabel 4.2 Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Larutan Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup Secara Spektroskopi Serapan Atom	38
Tabel 4.3 Hasil One Way Anova Pengaruh Variasi Zat Pengoksidasi Terhadap Kadar Timbal (Pb) dalam Jamu Pegal Linu.....	39
Tabel 4.4 Hasil One Way Anova Pengaruh Kadar Logam Timbal (Pb) Terhadap Masing-masing Merk Jamu pegal Linu	42

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Serbuk Jamu Pegal Linu.....	7
Gambar 2.2 Skema Umum Atomisasi Logam Timbal (Pb) dalam SSA.....	15
Gambar 2.3 Kurva Standar.....	17
Gambar 2.4 Komponen – Komponen SSA.....	19
Gambar 4.1 Sampel Jamu Pegal Linu dalam Wadah Tertutup dengan merk berbeda	30
Gambar 4.2 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb)	34
Gambar 4.3 Kadar Logam Timbal (Pb) dalam jamu dengan Merk Berbeda Menggunakan Zat Pengoksidasi H ₂ SO ₄	40



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian	52
Lampiran 2 Diagram Alir.....	53
Lampiran 3 Perhitungan.....	56
Lampiran 4 Dokumentasi.....	71



ABSTRAK

Amrulloh, Achmad., F. 2017. **Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Jamu Pegal Linu Menggunakan Variasi Zat pengoksidasi 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: Susi Nurul Khalifah, M. Si

Kata Kunci : Jamu pegal linu, Timbal, Destruksi refluks, Zat pengoksidasi

Jamu pegal linu merupakan salah satu jenis jamu yang diminati banyak masyarakat. Jamu pegal linu dapat terkontaminasi logam berat dari industri, transportasi, dan kondisi budidaya. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui zat pengoksidasi terbaik untuk penentuan logam timbal (Pb) dalam sampel jamu pegal linu menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dan mengetahui berapa kadar timbal (Pb) pada sampel jamu pegal linu.

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory*, yang meliputi: pemilihan dan preparasi sampel, pembuatan kurva standar, dan penentuan variasi zat pengoksidasi HNO_3 p.a + H_2O_2 p.a (3:1) dan HNO_3 p.a + HCl p.a (3:1) sebanyak 15 mL dengan sampel 1 gram menggunakan destruksi refluks, sedangkan untuk HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1) sebanyak 15 mL dengan 0,5 gram sampel menggunakan destruksi refluks. Penentuan kadar logam timbal (Pb) pada masing-masing sampel (5 merk) diukur menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Hasil analisis dengan *one way ANOVA* menunjukkan bahwa zat pengoksidasi terbaik adalah HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1) dengan taraf signifikan 0.01 dan diperoleh F hitung 2583,14 sedangkan F tabel 10,92 (F hitung > F tabel) yang artinya terdapat pengaruh signifikan antara variasi zat pengoksidasi dengan kadar timbal (Pb). Kadar logam timbal (Pb) pada masing-masing merk dari sampel A, B, C, D, dan E secara berturut-turut adalah 173,01 mg/kg; 142,69 mg/kg; 166,44 mg/kg; 181,57 mg/kg dan 227,52 mg/kg.

ABSTRACT

Amrulloh, Achmad., F. 2017. **Determination of Lead (Pb) in Pegal Linu Traditional Medicine using Variation Oxidation of Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)**. Thesis. Chemistry Department of Science and Technology Faculty of Maulana Malik Ibrahim Malang State Islamic University of Malang.

Adviser I: Diana Candra Dewi, M.Si ; Adviser II: Susi Nurul Khalifah, M. Si

Keyword: Pegal Linu Traditional Medicine, Lead, Reflux Destruction, Oxidation Agents

Pegal linu traditional medicine is one of the most popular in societies. Pegal linu traditional medicine can be contaminated by heavy metals from industrial, transportation, and cultivation conditions. The aims of this research is to know the best oxidation agent for determination of lead (Pb) in Pegal linu traditional medicine samples using atomic absorption Spectroscopy (AAS) and find out how the concentration of lead (Pb) in Pegal linu traditional medicine samples.

This research is experimental laboratory, that includes: selection and preparation of sampel, making of standard curve, and determination variation of oxidation agents HNO_3 p.a + H_2O_2 p.a (3:1) dan HNO_3 p.a + HCl p.a (3:1) as many as 15 mL with 1 gram sample using reflux destruction, while HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1) as many as 15 mL with 0,5 gram sample using reflux destruction. Determination of lead (Pb) in each sample (5 brand) measured using Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS).

The result of analysis with one way ANOVA show that the best oxidation agents is HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1) with significant level 0.01 and F hitung 2583,14 while F tabel 10,92 (F hitung > F tabel) means that, there is a significant influence between variation of oxidation agents with concentration of lead (Pb). The concentration of lead (Pb) on each brand of sample A, B, C, D, and E in a row is 173,01 mg/kg; 142,69 mg/kg; 166,44 mg/kg; 181,57 mg/kg and 227,52 mg/kg.

الملخص

أمر الله، احمد فكرى. ٢٠١٧، تقرير قدر المعدني (Pb) في الأعشاب فغاليينو بمنتوع مادة اكسيداسية بطريقة سفكتروسكو في الامتصاص الذري (SSA). أطروحة. شعبة كيمياء كلية العلوم والتكنولوجيا جامعة مولانا مالك ابراهيم الحكومة الإسلامية مالانق. المشرفة الأولى: دينا جندر ديوي الماجستير لمشرفة الثانية: سوسى نور الخليفة الماجستير.

كلمة البحث: الأعشاب فغاليينو، المعدني، تدمير الجزر، مادة اكسيداسية. الأعشاب فغاليينو هي من الأعشاب التي يحبها كثيرا من المجتمع. و الأعشاب التي ملوث يمكن أن تكون ملوثة بالمعادن الثقيلة من الصناعة والنقل، وظروف الزراعة. و تهدف هذه الدراسة ليعرف افضل مادة المؤكسدات المعدني (Pb) في عينة الأعشاب فغاليينو باستخدام سفكتروسكو في الامتصاص الذري (SSA) وعرف قدر المعدني (Pb) في عينة الأعشاب فغاليينو.

ونوع بحث هو المخبرية التجريبية، والتي تشمل: اختيار عينة وتصنيع منحنى قياسي، وتقرير تنوع مادة المؤكسدات حمض النيتريك + حامض الهيدروكلوريك (١:٣) و حمض النيتريك + حمض بيروكسيد (١:٣) ما يصل الى ١٥ مل مع عينة ١ غرام باستخدام تدمير الجزر، إما حمض النيتريك + حمض الكبريتيك (١:٣) ما يصل الى ١٥ مل مع ٠,٥ غرام عينات باستخدام تدمير الجزر. تم قياس تقرير المعدني في كل عينة (٥ علامات) باستخدام سفكتروسكو للامتصاص الذري (SSA).

وأظهرت نتائج تحليل البحث في اتجاه واحد "أنوفا" أن أفضل مادة المؤكسدات هو حمض النيتريك + حمض الكبريتيك (١:٣) مع مستوى الأهمية ٠,١٠ وحصلت F الاعتماد ٢٥٨٣,١٤ إما F (١٠,٩٢) (F > الجدول) يعني أن هناك تأثير بين مادة اكسيداسية مع قدر المعدني (Pb). المحتوى المعدني من المعدني (Pb) في كل العلامات التجارية من العينات أ، ب، ج، د، على التوالي هو ١٧٣,٠١ ملغ / كغ. ١٤٢,٦٩ ملغ / كغ. ١٦٦,٤٤ ملغ / كغ. ١٨١,٥٧ ملغ / كغ و ٢٢٧,٥٢ ملغ / كغ.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Allah berfirman dalam QS. al Baqarah ayat 168:

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



Artinya : “Wahai manusia, makanlah yang halal lagi baik dari apa yang terdapat di bumi dan janganlah kamu mengikuti langkah-langkah syaithan; karena sesungguhnya syaithan adalah musuh yang nyata bagimu.”(QS. Al Baqarah (2), 168).

Berkaitan dengan Surah Al-Baqarah ayat 168, maka Allah SWT membolehkan manusia untuk mengkonsumsi makanan yang ada di muka bumi kecuali ada nash yang menyatakan keharamannya. Namun, ayat di atas menjadi penjelas bahwa Allah SWT menganjurkan manusia untuk memilih makanan yang halal dan baik serta bermanfaat bagi tubuh dan akal pikiran, tentunya untuk kebaikan manusia. Halal didasarkan pada zat itu sendiri maupun cara mendapatkannya, sedangkan baik secara umum makanan tersebut tidak membahayakan tubuh jika dikonsumsi. Oleh karena itu, sebagai hamba Allah SWT yang diberikan kelebihan berupa akal, hendaknya manusia memperhatikan makanan yang masuk ke dalam tubuhnya sehingga tidak membahayakan kesehatan.

Makanan memiliki peranan penting dalam aspek kehidupan manusia. Baik buruknya kualitas kesehatan dipengaruhi oleh makanan yang dikonsumsi salah satunya jamu. Jamu merupakan ramuan tradisional sebagai salah satu upaya pengobatan yang telah lama dikenal luas dan dimanfaatkan oleh masyarakat untuk tujuan mengobati penyakit ringan, mencegah penyakit, dan menjaga ketahanan

tubuh (Limananti dan Triratnawati, 2003). Kelebihan dari jamu adalah berasal dari bahan-bahan yang disediakan di alam, tidak mengandung bahan kimia, tidak ada efek samping, dan hemat biaya (Pramono, 2010). Jamu sudah banyak digunakan oleh penduduk Indonesia. Data Riset Kesehatan Dasar menunjukkan bahwa penduduk Indonesia yang pernah mengonsumsi jamu sebanyak 59,12 % yang terdapat pada semua kelompok umur, laki-laki dan perempuan, didesa dan diperkotaan. Sekitar 95,60 % penduduk Indonesia pernah merasakan manfaat jamu, akan tetapi pemanfaatannya sebatas pengobatan sendiri dan belum dilakukan di instansi kesehatan (Balitbangkes, 2010).

Salah satu produk jamu yang banyak diminati oleh masyarakat adalah jamu pegal linu. Jamu pegal linu digunakan untuk menghilangkan pegal linu, nyeri otot dan tulang, memperlancar peredaran darah, memperkuat daya tahan tubuh dan menghilangkan sakit seluruh badan (Wahyuni dan Tanti, 2004). Komposisi bahan jamu pegal linu adalah temulawak, jahe, temu ireng, mengkudu, adas, kunyit, merica, dan kencur (Husna, dkk., 2015).

Menurut BPOM (2014), terdeteksi ada beberapa cemaran logam berbahaya yang terdapat pada jamu yaitu logam timbal (Pb), kadmium (Cd), merkuri (Hg), dan arsen (As). Timbal (Pb) adalah logam yang berbentuk padat yang tahan korosi, berwarna putih-kebiruan mengkilap, lunak, memiliki kerapatan yang besar, mudah ditempa, dan mempunyai titik lebur rendah sekitar 327,5 °C, titik didih 1740 °C, serta sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi, 2004). Paparan dari logam timbal (Pb) bisa mengakibatkan kelelahan, kelesuan, gangguan iritabilitas, kehilangan libido, gangguan menstruasi dan aborsi spontan pada wanita, sakit kepala, sulit berkonsentrasi, dan sulit tidur (Widowati, dkk., 2008). Batas

maksimum untuk kadar logam timbal pada jamu ≤ 10 mg/Kg atau mg/L atau ppm (BPOM, 2014).

Hasil penelitian Husna, dkk (2015) menunjukkan kadar timbal (Pb) dalam produk jamu pegal linu di Kota Pekanbaru sebesar 0-34,94 mg/Kg. Begitupula penelitian Mousavi (2014), bahwa terdapat logam timbal (Pb) pada produk jamu berbagai merk yang beredar di pasar Iranian berkisar 9,61-52,74 mg/Kg. Kadar timbal (Pb) pada tanaman obat di pasar Teheran juga diteliti oleh Ziarati (2012), menunjukkan bahwa besar kadar timbal (Pb) berkisar 0,41-39,41 mg/Kg. Logam timbal (Pb) pada jamu berasal dari proses pengemasan dan produksi yang melibatkan instrumen yang terbuat dari logam (Hartanti, 2012). Selain itu, logam timbal terdapat pada tanah (Alloway, 1990) dan pupuk fosfat yang dapat mencemari tanaman (Charlena, 2004).

Salah satu metode analisis timbal (Pb) pada jamu menggunakan metode analisis spektroskopi serapan atom. Kelebihan spektroskopi serapan atom yaitu memiliki sensitivitas yang tinggi, analisisnya teliti, dan cepat, pengerjaannya relatif sederhana serta memberikan kadar total logam timbal dalam sampel (Darmono, 1995). Destruksi merupakan suatu perlakuan pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis. Istilah destruksi ini disebut juga perombakan, yaitu dari bentuk organik logam menjadi bentuk logam-logam anorganik (Kristianingrum, 2012). Destruksi ada dua macam yaitu Destruksi kering dan destruksi basah. Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran. Kelebihan dari destruksi basah ini adalah pengerjaannya lebih sederhana, oksidasi terjadi secara kontinyu dan cepat. Akan tetapi destruksi basah tertutup lebih bagus dari destruksi basah terbuka. Hal ini

karena dapat meminimalisir kehilangan analit berupa logam yang volatil dan waktu yang dibutuhkan relatif singkat (Rodiana, dkk., 2013).

Pemilihan zat pengoksidasi terbaik dalam proses destruksi untuk analisis kandungan logam berat logam timbal (Pb) pada sampel sangatlah penting karena berpengaruh terhadap hasil analisis. Zat pengoksidasi yang digunakan untuk destruksi basah antara lain HNO_3 , H_2SO_4 , HClO_4 , dan HCl . HNO_3 sebagai pengoksidasi utama karena HNO_3 merupakan pelarut logam yang baik sedangkan H_2SO_4 juga sebagai pengoksidasi yang dapat memaksimalkan pemutusan logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel Hidayat (2016). Selain itu, H_2O_2 berfungsi sebagai agen pengoksidasi yang dapat menyempurnakan reaksi sehingga mampu mendekomposisikan sampel dengan sempurna (Yawar, 2009). Begitu pula aqua regia mampu melarutkan logam-logam mulia (Kristianingrum, 2012).

Penelitian Uddin, dkk (2016) menggunakan 3 variasi zat pengoksidasi HNO_3 p.a, HNO_3 p.a + HCl p.a (1:3), dan HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (2:1) untuk menganalisis timbal (Pb) pada jamu tradisional di Malaysia. Hasil menunjukkan bahwa HNO_3 p.a + HCl p.a (1:3) merupakan zat pengoksidasi terbaik dengan kadar timbal (Pb) sebesar 0,5 mg/Kg. Analisis kadar timbal (Pb) pada jamu di Saudi Arabia menggunakan zat pengoksidasi HNO_3 p.a + H_2O_2 p.a (10:4) dilakukan oleh Maghrabi (2014). Hasil menunjukkan kadar timbal (Pb) pada jamu atau tanaman herbal sebesar 0,6 mg/Kg. Zat Pengoksidasi HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1) digunakan Chaudari dan Mahajan (2015) untuk menganalisis kadar logam timbal (Pb) pada tanaman obat *Terminalia arjuna* di India. Hasil penelitian menunjukkan kadar timbal (Pb) sebesar 0, 124 mg/Kg. Selain itu, penelitian yang dilakukan

Kartikasari (2016) pada buah apel dengan metode destruksi basah terbuka dan tertutup. Hasil menunjukkan bahwa metode destruksi tertutup memberikan metode yang terbaik dengan kadar timbal 8,063 mg/Kg.

Berdasarkan kajian diatas, maka dalam penelitian ini yang akan dilakukan yaitu mencari zat pengoksidasi terbaik untuk menganalisis kadar timbal (Pb) pada serbuk jamu pegal linu menggunakan metode destruksi basah tertutup, yang kemudian dianalisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan variasi zat pengoksidasi HNO_3 p.a + H_2O_2 p.a (3:1), HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1), dan HNO_3 p.a + HCl (3:1) p.a. Zat pengoksidasi terbaik yang diperoleh digunakan untuk menganalisis kadar timbal (Pb) pada tiap sampel serbuk jamu pegal linu yang tiap sampel tersebut diambil dari wilayah Kota Malang. Untuk mengetahui apakah ada pengaruh antara zat pengoksidasi dengan kadar timbal (Pb) dilakukan Uji Annova.

1.2 Rumusan Masalah

1. Apa zat pengoksidasi terbaik dalam menganalisis timbal (Pb) dalam sampel jamu pegal linu menggunakan metode destruksi basah tertutup?
2. Berapa kadar konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel jamu pegal linu yang terdaftar di BPOM menggunakan destruksi basah tertutup secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui zat pengoksidasi terbaik dalam menganalisis timbal (Pb) dalam sampel jamu pegal linu menggunakan metode destruksi basah tertutup.
2. Untuk mengetahui kadar konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel jamu pegal linu yang terdaftar di BPOM menggunakan destruksi basah secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

1.4 Batasan Masalah

1. Sampel jamu yang digunakan adalah jamu pegal linu berbentuk serbuk dengan 5 merek yang berbeda yang terdapat di BPOM dan masa kadaluarsa pada tahun yang sama.
2. Pengambilan sampel dilakukan di toko jamu Kota Malang.
3. Zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO_3 p.a + H_2O_2 p.a (3:1), HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1), dan HNO_3 p.a + HCl (3:1) p.a.
4. Metode yang digunakan adalah metode destruksi basah tertutup atau refluks.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi kepada masyarakat umum tentang kandungan logam timbal (Pb) pada jamu pegal linu.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jamu Pegal Linu

Obat tradisional telah diterima secara luas di negara berkembang dan di negara maju seperti di Indonesia. Obat tradisional Indonesia dibagi menjadi 3 macam yaitu jamu, obat herbal terstandar (OHT), dan fitofarmaka. Jamu adalah salah satu obat tradisional yang diracik dengan menggunakan bahan tanaman yang disajikan secara tradisional dalam bentuk serbuk, pil, atau cairan (Setiawan, 2012).



Gambar 2.1 Serbuk jamu pegal linu (Rumahjamu.com)

Keberadaan jamu di Indonesia banyak dikonsumsi oleh masyarakat. Hal ini karena jamu mudah ditemui, dan penggunaannya lebih aman. Salah satu jamu yang terkenal yaitu jamu pegal linu. Jamu pegal linu digunakan untuk menghilangkan pegal linu, nyeri otot dan tulang, memperlancar peredaran darah, memperkuat daya tahan tubuh dan menghilangkan sakit seluruh badan. Selain itu, sediaan jamu terdiri dari 3 macam yaitu serbuk, kapsul, dan cair. Sediaan yang paling banyak digunakan untuk jamu pegal linu yaitu serbuk (Wahyuni dan Tanti, 2004). Menurut Husna (2015) bahan dasar jamu pegal linu pada gambar 2.1 diantaranya temulawak, jahe, temu ireng, mengkudu, adas, kunyit, merica, dan kencur.

2.2 Cemaran Logam Berat Timbal (Pb) pada Jamu dan Dampaknya Bagi Kesehatan

Timbal adalah logam berat yang terdapat secara alami didalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami. Timbal (Pb) adalah suatu unsur dalam tabel periodik yang memiliki lambang Pb dan nomor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa latin *plumbum*. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia. Mempunyai nomor atom 82 dengan bobot 207,2. Logam timbal (Pb) merupakan logam yang berbentuk padat yang tahan korosi, berwarna putih-kebiruan mengkilap, lunak, memiliki kerapatan yang besar, mudah ditempa, dan mempunyai titik lebur rendah sekitar 327,5 °C, titik didih 1740 °C, serta sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi, 2004). Batas Cemaran logam berat timbal (Pb) pada jamu adalah ≤ 10 mg/Kg (BPOM, 2014).

Kontaminasi logam timbal (Pb) pada jamu terjadi melalui:

1. Proses produksi

Lepasnya logam dari peralatan produksi tersebut dikarenakan adanya pengeroposan atau pengkaratan sehingga kemungkinan besar logam timbal (Pb) bercampur dengan jamu (Hartanti, 2012).

2. Kondisi budidaya

Tanaman obat herbal atau bahan baku jamu sangat rentan terhadap serangan hama dan penyakit sehingga penggunaan pupuk dan pestisida perlu dilakukan (Kosalec, dkk, 2009). Pupuk yang digunakan dalam budidaya bahan baku jamu yaitu pupuk fosfat yang mengandung logam timbal (Pb) antara 5-156 ppm dan pupuk kandang sebesar 30-969 mg/Kg (Setyorini,

dkk, 2003). Adapun penggunaan pestisida yang mengandung logam timbal (Pb) dapat dilihat pada Tabel 2.1 (Hartini, 2011).

Tabel 2.1 Kandungan logam berat timbal (Pb) dalam beberapa pestisida

Jenis pestisida	Bahan aktif dalam pestisida	Kandungan logam berat timbal (Pb) dalam pestisida (ppm)
Antracol 70 WP	Propineb 70 %	12,48
Dithane M 45 80 WP	Mankozebe 20 %	19,37
Buldog 25 EC	Propineb 25 gr/L	2,04

3. Sistem irigasi

Penanaman bahan baku jamu kemungkinan besar menggunakan air sungai untuk sistem irigasi. Air sungai tersebut sudah tercemar logam berat timbal (Pb) akibat dari buangan limbah industri seperti batrai, kosmetik, detergen (Setyorini, 2003). Selain itu, bisa berasal dari saluran pipa air yang berkotosif (Gusnita, 2010).

4. Kemasan

Kemasan plastik berfilm PVC yang dapat mengakibatkan migrasi dari kemasan menuju jamu adalah mengandung logam berat dengan kadar maksimal logam timbal (Pb) adalah 100 ppm (SNI, 2004).

5. Udara dan tanah

Kontaminasi timbal (Pb) pada bahan baku jamu berasal dari asap kendaraan bermotor berbahan bakar bensin. Bensin itu sendiri mengandung tetraetil Pb yang mana berfungsi sebagai anti kerokring. Emisi dari partikulat tetraetil Pb tersebut menyebabkan tingginya Pb diudara. Akibatnya kemungkinan besar bahan baku jamu atau tanaman obat herbal akan menyerap timbal tersebut (Erdayanti, 2015). Penelitian oleh Marini (2005) menunjukkan bahwa tanaman teh yang ditanam didekat jalan raya memiliki kadar logam Pb yang jauh lebih tinggi dibandingkan teh yang ditanam jauh dari jalan.

Jalur masuknya timbal (Pb) dalam tubuh salah satunya melalui kontak oral. Orang dewasa menyerap Pb sebesar 5-15% dari keseluruhan Pb yang dicerna, sedangkan anak-anak menyerap Pb lebih besar yaitu 41,5%. Toksisitas timbal (Pb) menyebabkan efek kronis yaitu efek yang timbul dalam jangka waktu pendek. Paparan dari logam timbal (Pb) bisa mengakibatkan kelelahan, kelesuan, gangguan iritabilitas, kehilangan libido, gangguan menstruasi dan aborsi spontan pada wanita, sakit kepala, sulit berkonsentrasi, dan sulit tidur (Widowati, dkk., 2008).

2.3 Metode Destruksi Basah Tertutup atau Refluks

Destruksi basah adalah pemanasan sampel (organik atau biologis) dengan adanya pengoksidasi kuat seperti asam-asam mineral baik tunggal maupun campuran. Jika dalam sampel dimasukkan zat pengoksidasi, lalu dipanaskan pada temperatur yang cukup tinggi dan jika pemanasan dilakukan secara kontinyu pada waktu yang cukup lama, maka sampel akan teroksidasi secara sempurna sehingga

meninggalkan berbagai senyawa pada larutan asam dalam bentuk senyawa anorganik yang sesuai untuk dianalisis (Anderson, 1987).

Metode analisis logam dalam makanan dengan menggunakan refluks dilakukan dengan memasukkan sampel ke dalam labu destruksi yang dilengkapi dengan kondensor pendingin yang dialiri air, sampel didestruksi menggunakan zat pengoksidasi dan dipanaskan pada temperatur 100 °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 3 jam, kemudian didinginkan dan disaring (Darmono, 1995). Menurut Rodiana, dkk (2013) kelebihan dari metode destruksi refluks adalah dapat meminimalisir kehilangan analit berupa logam yang volatil dan waktu yang dibutuhkan relatif singkat.

2.4 Analisis Timbal (Pb) pada Jamu menggunakan Variasi Zat Pengoksidasi

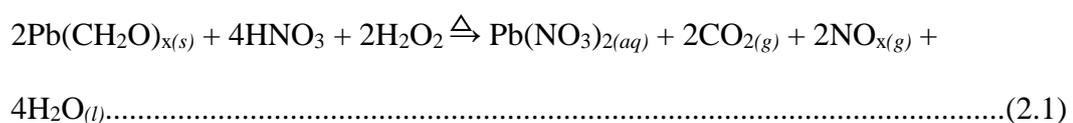
Hasil penelitian Husna, dkk (2015) menunjukkan kadar timbal (Pb) dalam produk jamu pegal linu di Kota Pekanbaru sebesar 0-34,94 mg/Kg. Begitu pula penelitian Mousavi (2014), bahwa terdapat logam timbal (Pb) pada produk jamu berbagai merk yang beredar di pasar Iranian berkisar 9,61-52,74 mg/Kg. Kadar timbal (Pb) pada tanaman obat di pasar Teheran juga diteliti oleh Ziarati (2012), menunjukkan bahwa besar kadar timbal (Pb) berkisar 0,41-39,41 mg/Kg.

Selain itu, Atinafu, dkk (2015) meneliti logam timbal (Pb) dalam tanaman obat dan diperoleh kadar timbal (Pb) sebesar 0.002 – 35,97 mg/Kg. Penelitian logam berat timbal (Pb) juga dilakukan oleh Korfali, dkk (2013) di Lebanon pada sampel jamu dan hasil penelitian menunjukkan 1,1 – 10,3 mg/Kg. Begitu pula

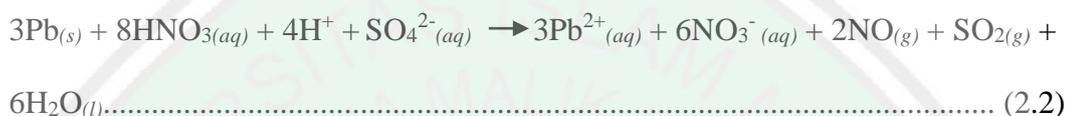
penelitian yang dilakukan Dghaim, dkk (2015), bahwa terdapat logam timbal dalam jamu berbagai merk dengan kadar yang dihasilkan 1,0 – 23,52 mg/Kg. Kadar logam timbal (Pb) pada jamu juga diteliti oleh Vaikosen, dkk (2011) menunjukkan hasil sebesar 0,583 – 102,200 mg/Kg.

Penelitian Uddin, dkk (2016) menggunakan 3 variasi zat pengoksidasi HNO₃ p.a , HNO₃ p.a + HCl p.a (1:3), dan HNO₃ p.a + HClO₄ p.a (2:1) untuk menganalisis timbal (Pb) pada jamu tradisional di Malaysia. Hasil menunjukkan bahwa HNO₃ p.a + HCl p.a (1:3) merupakan zat pengoksidasi terbaik dengan kadar timbal (Pb) sebesar 0,5 mg/kg. Analisis kadar timbal (Pb) pada jamu di Saudi Arabia menggunakan zat pengoksidasi HNO₃ p.a + H₂O₂ p.a (10:4) dilakukan oleh Maghrabi (2014). Hasil menunjukkan kadar timbal (Pb) pada jamu atau tanaman herbal sebesar 0,6 mg/kg. Zat Pengoksidasi HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) digunakan Chaudari dan Mahajan (2015) untuk menganalisis kadar logam timbal (Pb) pada tanaman obat *Terminaliaarjuna* di India. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kadar logam timbal sebesar 0, 124 mg/Kg.

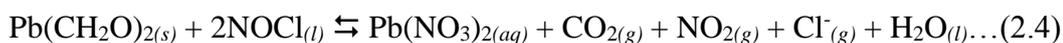
Wulandari dan Sukei (2013) menggunakan zat pengoksidasi campuran antara HNO₃ p.a + H₂O₂ p.a, Adapun fungsi penambahan HNO₃ berfungsi untuk memutus ikatan senyawa kompleks dengan logam. Menurut Yawar, dkk (2009) penambahan H₂O₂ berfungsi sebagai zat pengoksidasi yang dapat menyempurnakan reaksi sehingga mampu mendekomposisi sampel dengan sempurna. Reaksi yang terjadi antara asam nitrat dan asam peroksida dengan senyawa organik (Rifqi, dkk., 2015):



Begitupula Hidayat (2016) menggunakan zat pengoksidasi campuran HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a dimana HNO_3 sebagai pengoksidasi utama karena HNO_3 merupakan pelarut logam yang baik sedangkan H_2SO_4 juga sebagai pengoksidasi yang dapat memaksimalkan pemutusan logam timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel. Reaksi yang terjadi antara asam nitrat, asam sulfat dengan senyawa organik (Masfi, dkk., 2015):



Penggunaan dua jenis asam kuat berupa HNO_3 dan H_2SO_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 (Hidayat, 2016). Menurut Kristianingrum (2012) menggunakan zat pengoksidasi aqua regia, yaitu campuran asam klorida pekat dan asam nitrat pekat dengan perbandingan volume 3:1 yang mampu melarutkan logam-logam mulia. Adapun reaksinya sebagai berikut:



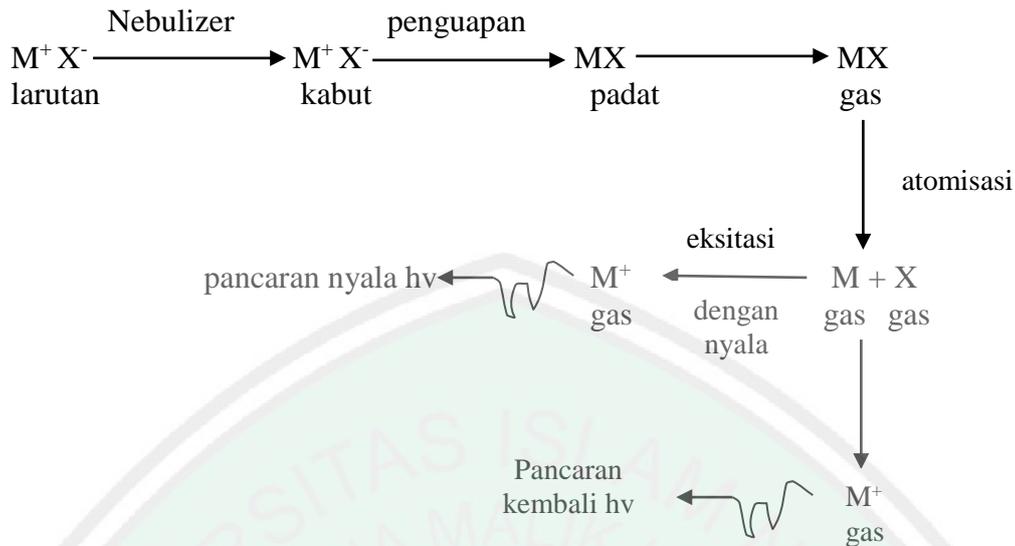
2.5 Analisis Logam Timbal (Pb) Secara Spektroskopi Serapan Atom

Spektroskopi merupakan suatu metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau yang diserap

oleh unsur. Salah satu bagian dari Spektroskopi yaitu Spektroskopi Serapan Atom (SSA), merupakan suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam yang berdasarkan pada penyerapan radiasi oleh atom logam dalam keadaan bebas. Prinsip SSA didasarkan pada proses penyerapan energi radiasi dari sumber nyala atom-atom yang berada pada tingkat energi dasar menuju ke tingkat energi yang lebih tinggi (Wahidin, 2009).

Menurut Darmono (1995) cara kerja Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung didalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya. Spektroskopi Serapan Atom (SSA) mempunyai beberapa kelebihan diantaranya analisisnya sangat peka, teliti dan cepat, spesifik (analisis tertentu dengan panjang gelombang yang sesuai), dan sensitif untuk menganalisis logam-logam yang membentuk campuran kompleks (Khopkar, 2010).

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) didasarkan pada penyerapan energi sinar oleh atom-atom netral dalam bentuk gas (Gandjar dan Rohman, 2007). Skema kerja umum dari metode ini seperti pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Skema umum atomisasi timbal (Pb) dalam SSA (Basset, dkk., 1994)

Secara umum proses atomisasi yang terjadi pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) melalui beberapa tahapan yaitu (Chasten, 2000) :

1. *Nebulizer* mencampur asetilena (bahan bakar) dan oksidan (udara dan dinitrogen oksida), menciptakan tekanan
2. Tekanan tersebut mengakibatkan sampel terserap masuk kedalam ruang *nebulizer*
3. *Glass bead* dan *mixing paddle* didalam *chamber* menciptakan campuran yang heterogen dari (bahan bakar + oksidan) dan aerosol sampel
4. Campuran akan mengalir langsung ke kepala burner
5. Sampel cair tidak mengalir menuju nyala, melainkan terkumpul di bagian bawah dari *nebulizer* dan mengalir secara gravitasi menuju tempat pembuangan
6. Nyala memecah analit dan menjadikannya menjadi bentuk atom

7. Kemudian monokromator akan mengisolasi sinar dari analit dan memisahkannya dari sinar lain yang ditimbulkan oleh nyala
8. Detektor akan menentukan intensitas sinar yang keluar dari monokromator dan mengubahnya dalam bentuk energi listrik

Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi diturunkan dari (Day dan Underwood, 1989):

a. Hukum Lambert

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

b. Hukum Beer

Intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut. Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu percobaan :

$$A = a \cdot b \cdot c \dots\dots\dots(2.4)$$

Dimana:

A = absorbansi

a = absortivitas molar

b = panjang medium

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

Berdasarkan persamaan diatas dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day dan Underwood 1989).

Konsentrasi sampel dapat dihitung dengan metode kurva standar. Metode kurva standar diawali dengan pembuatan seri larutan standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi yang diukur dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA), yang kemudian diperoleh grafik hubungan antara konsentrasi (C) dengan absorbansi

(A), yang merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = b , konsentrasi larutan sampel diukur dan diinterpolasi ke dalam kurva standar atau dimasukkan dengan persamaan regresi linier pada kurva standar seperti pada Gambar 2.3 (Syahputra, 2004). Metode kurva standar bisa digunakan untuk menggantikan metode adisi standar untuk menganalisis timbal (Pb) dalam sampel walaupun secara performa analitik metode adisi standar lebih sensitif dari pada kurva standar, namun metode adisi standar membutuhkan waktu pengerjaan yang lama. Keadaan ini disebabkan ketika akan menganalisis sebuah sampel maka harus membuat kurva terlebih dahulu. Kelebihan dari kurva standar ketika banyak sampel yang akan dianalisis dengan waktu pengerjaannya membutuhkan waktu relatif singkat (Nuraini, 2011).



2.5.1 Komponen-Komponen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) sebagai berikut :

A. Sumber Sinar

Sumber sinar yang dipakai adalah lampu katoda yang terdiri atas tabung kaca tertutup yang mengandung suatu katoda dan anoda. Bila anoda

dan katoda diberi tegangan tinggi maka, katoda akan memancarkan berkas-berkas elektron yang akan menuju anoda. Elektron yang berenergi tinggi tersebut akan bertabrakan dengan gas-gas mulia sehingga membuat unsur-unsur gas mulia akan kehilangan elektron dan bermuatan positif. Umumnya lampu katoda yang digunakan berbentuk cekung yang mana penggunaannya hanya untuk satu unsur.

B. Tempat Sampel

Ada berbagai macam alat yang dapat digunakan untuk mengubah suatu sampel menjadi uap atom salah satunya dengan nyala (*flame*). Nyala digunakan untuk mengubah sampel yang berupa padatan atau cairan menjadi uap atom.

C. Monokromator

Monokromator berfungsi untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Selain itu, monokromator terdapat alat *chopper* yang digunakan untuk memisahkan radiasi yang kontinyu.

D. Detektor

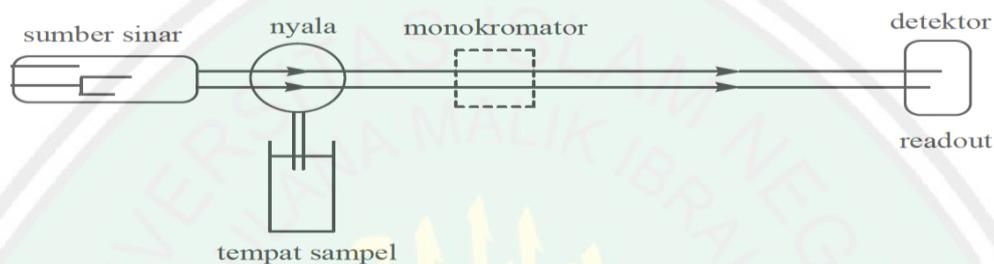
Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melalui tempat pengamatan. Ada 2 cara yang dapat digunakan sistem deteksi yaitu memberikan respon terhadap radiasi resonansi dan kontinyu.

E. Readout

Readout merupakan sistem pencatatan hasil. Pencatatan hasil dilakukan dengan suatu alat yang telah dikalibrasi untuk pembacaan

absorpsi. Hasil pembacaan dapat berupa angka atau kurva dari suatu rekorder yang menggambarkan absorbansi dan intensitas.

Susunan komponen-komponen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Komponen Spektroskopi Serapan Atom (Sumber: Gandjar dan Rohman, 2007).

Berikut adalah kondisi optimum yang digunakan untuk analisa logam timbal (Pb) dengan spektroskopi serapan atom (SSA) dalam Tabel 2.2 (Khopkar, 2010).

Tabel 2.2 Kondisi SSA untuk analisis logam timbal (Pb)

Unsur	Panjang gelombang (nm)	Tipe nyala	Sensitivitas	Range kerja (mg/Kg)	Batas deteksi (mg/Kg)
Pb	217	AA	0,11	5-20	0,015

2.6 Uji One Way Anova

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

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

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

2.7 Makanan atau Minuman dalam Perspektif Islam

Allah menciptakan berbagai macam tumbuh-tumbuhan di bumi untuk dimanfaatkan bagi manusia. Salah satunya diolah menjadi makanan dan minuman yang bermanfaat untuk manusia. Hal ini didukung dengan Firman Allah SWT dalam QS. Thaha (20),53:

الَّذِي جَعَلَ لَكُمُ الْأَرْضَ مَهْدًا وَسَلَكَ لَكُمْ فِيهَا سُبُلًا وَأَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجْنَا بِهِ أَزْوَاجًا
مِّن تَبَاتٍ شَقَى ﴿٥٣﴾

Artinya: "Yang telah menjadikan bagimu bumi sebagai hamparan dan yang telah menjadikan bagimu di bumi itu jalan-jalan, dan menurunkan dari langit air hujan. maka Kami tumbuhkan dengan air hujan itu berjenis-jenis dari tumbuh-tumbuhan yang bermacam-macam" (QS. Thaha (20), 53).

Menurut tafsir al Maraghi (1992), surat Thaha ayat 53 menjelaskan bahwa Allah SWT menurunkan air hujan dari langit, lalu dengan air hujan itu Allah SWT mengeluarkan berbagai jenis tumbuh-tumbuhan, seperti palawija, tanaman herbal, dan buah-buahan, baik yang masam ataupun manis. Juga mengeluarkan berbagai manfaat, warna, aroma, dan bentuk; sebagiannya cocok untuk umat manusia dan sebagiannya cocok untuk hewan. Ini merupakan nikmat Allah SWT yang diberikan kepada setiap makhluk ciptaan-Nya.

Manfaat segala macam jenis tumbuhan yang diciptakan oleh Allah SWT ini merupakan bentuk kekuasaan dan kebesaran Allah SWT terhadap makhluknya dimana semuanya dapat dimanfaatkan oleh manusia jika manusia itu berpikir. Semua tanaman yang ditumbuhkan oleh Allah SWT merupakan tanaman atau tumbuhan yang baik yang mana memiliki kegunaan atau manfaat seperti tanaman herbal atau jamu. Hal ini tersirat dalam firman Allah SWT dalam QS. asy Syu'ara' (26),7:

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

Artinya: "Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu pelbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik" (QS. asy Syu'ara' (26),7).

Menurut Shihab (2002) tumbuhan yang baik ialah tumbuhan yang bermanfaat bagi makhluk hidup termasuk tumbuhan yang dapat digunakan sebagai pengobatan. Hal ini dapat diasumsikan seperti tanaman herbal dimana dapat diolah menjadi minuman yang disebut jamu. Jamu merupakan minuman yang bermanfaat bagi tubuh, karena mudah diperoleh dan bahan bakunya dapat ditanam

dipekarangan sendiri, dan tidak ada efek sampingnya (Soediby, 1992). Hal itu memberikan penjelasan bahwa jamu bisa menjadi obat pegal linu, sebagaimana sebagaimana dalam hadis yang diriwayatkan Imam Muslim dari Jabir bin Abdillah dia berkata bahwa Nabi Muhammad SAW bersabda,

مَا أَنْزَلَ اللَّهُ دَاءً إِلَّا لَأَنْزَلَ لَهُ شِفَاءً

Artinya: “Tidaklah Allah turunkan penyakit kecuali Allah turunkan pula obatnya” (HR. Bukhari).



BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2016 – Januari 2017 di Laboratorium Riset Kimia Analitik dan Laboratorium Instrumen 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) merk yang dilengkapi dengan lampu katoda timbal (Pb) merk varian spektra AA 240, neraca analitik, *hot plate*, lemari asam, seperangkat alat refluks, penangas air, kertas saring Whatman nomer 42, kertas saring kasar, dan seperangkat alat gelas laboratorium.

3.3.2 Bahan

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk jamu pegel linu serbuk dengan 5 merk yang berbeda, sedangkan bahan kimia yang digunakan adalah larutan standar Pb 1000 ppm (E-Merck), HNO₃ (Merck,65%), H₂O₂ (Merck, 30%), HCl (Merck,37%), H₂SO₄ (Merck,95%), aquades, dan aquabides.

3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory* menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) yang terdiri dari satu faktor yaitu pengaruh variasi jenis larutan pengoksidasi pada sampel jamu pegal linu. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut : pemilihan dan preparasi sampel dilakukan dengan mencampur 5 merek sampel jamu pegal linu yang berbeda. Selanjutnya pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dan pembuatan kurva standar Pb dari larutan standar Pb 0,1 - 1,4 ppm. Setelah itu, sampel yang telah homogen didestruksi menggunakan variasi zat pengoksidasi yaitu HNO_3 p.a + H_2O_2 p.a (3:1), HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a (3:1), dan HNO_3 p.a + HCl p.a (3:1) dan dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Zat pengoksidasi terbaik yang diperoleh kemudian digunakan untuk menentukan kadar Pb pada tiap sampel jamu pegal linu, yang kemudian dilanjutkan analisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Data yang diperoleh dianalisis dengan ragam varian ANNOVA untuk mengetahui pengaruh jenis pengoksidasi terhadap kadar Pb.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan yang dilakukan pada penelitian ini sebagaimana berikut:

1. Pemilihan dan preparasi sampel
2. Pengaturan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)
3. Pembuatan kurva standar timbal (Pb)
4. Penentuan zat pengoksidasi terbaik dari berbagai variasi jenis zat pengoksidasi

5. Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam tiap sampel jamu pegel linu dengan merk berbeda
6. Analisis data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Enam sampel jamu pegel linu yang diperoleh di beberapa toko jamu Kota Malang dengan ketentuan 6 sampel jamu pegel linu yang terdaftar di BPOM. Pada masing-masing sampel diambil 5 gram kemudian dicampur rata sampai homogen dan digunakan sebagai sampel campuran untuk menentukan zat pengoksidasi terbaik. Sampel campuran yang tidak digunakan disimpan wadah plastik tertutup.

3.5.2 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Sederetan larutan standar timbal (Pb) dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 pada kondisi sebagai berikut : alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) varian spektra AA 240 meliputi panjang gelombang pada 217 nm, laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju alir udara pada 10,0 L/menit, lebar celah pada 1,0 nm, kuat arus HCl 10,0 μ A, tinggi burner 0,0 mm (Varian, 1989).

3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Larutan standar (PbNO₃)₂ 10 mg/L dibuat dari larutan stok Pb 1000 mg/L yang dipipet sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditanda bataskan dengan HNO₃ 0,5 M. Larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; 1,4 mg/L dibuat dengan cara memipet 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL larutan baku standar 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M sampai batas. Sederet larutan

standar timbal (Pb) tersebut selanjutnya dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing larutan standar (Rohman, 2007).

3.5.4 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel

Campuran sebanyak 1 gram dimasukkan dalam labu alas bulat dan ditambahkan 15 mL zat pengoksidasi HNO₃ p.a dan H₂O₂ p.a (10:4) kemudian dilakukan refluks. Selanjutnya dipanaskan sekitar 100 °C selama 3 jam sampai didapatkan larutan jernih. Setelah proses refluks selesai, larutan didinginkan pada suhu kamar. Kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman nomer 42 dan dimasukkan dalam labu ukur 20 mL, diencerkan menggunakan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas. Kemudian dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Perlakuan tersebut dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali dan dilakukan pada zat pengoksidasi yang lain sesuai dengan jenis pengoksidasi yang tertera di tabel 3.1.

Tabel 3.1 Variasi zat pengoksidasi dan pengulangannya

	Zat Pengoksidasi								
	HNO ₃ p.a + H ₂ O ₂			HNO ₃ p.a + H ₂ SO ₄			HNO ₃ p.a + HCl p.a		
Destruksi	p.a			p.a (3:1)** (B)			(3:1)*** (C)		
Refluks	(3:1)* (A)								
Pengulangan Sampel	A1	A2	A3	B1	B2	B3	C1	C2	C3

Keterangan :

* HNO₃ 65% p.a + H₂O₂ p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75 mL

** HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75 mL

***HNO₃ p.a + HCl p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75 mL

3.5.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Tiap Sampel Jamu Pegal Linu dengan Merk Berbeda

Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 1 gram kemudian dimasukkan dalam *labu alas bulat* dan diberi label. Kemudian ditambah zat pengoksidasi terbaik sebanyak 15 mL dan dipanaskan pada suhu 100°C selama 3 jam hingga larutan berwarna jernih. Selanjutnya sampel disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman nomer 42 dan filtrat yang diperoleh dimasukkan dalam labu ukur 20 mL lalu diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas. Kemudian dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm. Perlakuan tersebut dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan seperti Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Variasi sampel dan pengulangan

Sampel \ Ulangan	Ulangan pertama (U ₁)	Ulangan kedua (U ₂)	Ulangan ketiga (U ₃)
Sampel A (J ₁)	J ₁ U ₁	J ₁ U ₂	J ₁ U ₃
Sampel B (J ₂)	J ₂ U ₁	J ₂ U ₂	J ₂ U ₃
Sampel C (J ₃)	J ₃ U ₁	J ₃ U ₂	J ₃ U ₃
Sampel D (J ₄)	J ₄ U ₁	J ₄ U ₂	J ₄ U ₃
Sampel E (J ₅)	J ₅ U ₁	J ₅ U ₂	J ₅ U ₃

3.5.6 Analisa Data

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

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

Keterangan :

y = Absorbansi Sampel	b = Slope
x = Konsentrasi Sampel	a = Intersep

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

$$\text{Kadar Pb (mg/Kg)} = \frac{bxvxF}{m} \dots\dots\dots(3.2)$$

Keterangan :

V = Volume larutan
b = Kadar yang terbaca instrumen (mg/L)
F = Faktor pengenceran
m = Berat sampel

Untuk mengetahui apakah ada pengaruh zat pengoksidasi terhadap kadar logam Pb digunakan uji ANNOVA. *One way annova* atau analisis variasi satu arah akan menunjukkan hubungan antara variable terikat dan variable bebas. Hipotesis awal (H_0) berupa tidak adanya pengaruh perbedaan variasi zat pengoksidasi terhadap hasil analisis kadar timbal, serta hipotesis alternative (H_1) paling tidak ada satu pengaruh perbedaan variasi terhadap hasil analisis timbal. H_0 ditolak apabila $F_{hitung} > F_{tabel}$.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang berjudul penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam jamu pegal linu menggunakan variasi zat pengoksidasi secara spektroskopi serapan atom (SSA) dilakukan dalam beberapa tahapan penelitian seperti pemilihan dan preparasi sampel, pengaturan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), pembuatan kurva standart timbal (Pb), penentuan zat pengoksidasi terbaik dari berbagai variasi jenis zat pengoksidasi, penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam tiap sampel jamu pegal linu dengan brand berbeda, kemudian analisis data yang diperoleh dari hasil penelitian.

4.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel

Pemilihan metode pengambilan sampel merupakan salah satu tahapan yang penting dalam sebuah penelitian. Metode tersebut akan mempengaruhi validasi data dan kebenaran kesimpulan yang diambil. Dalam penelitian ini, teknik pengambilan sampel dilakukan secara acak. Sampel yang dipilih diharapkan mampu mewakili populasi yang akan diamati. Proses pengambilan sampel dilakukan dengan cara random, agar mendapatkan sampel yang representatif.

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah jamu pegal linu kemasan dengan 5 merk yang berbeda. Sampel dibeli di toko jamu yang terdapat di Kota Malang. Kelima merk jamu pegal linu tersebut diberi label A, B, C, D, dan E. Sampel jamu yang akan diukur kadarnya dihomogenkan terlebih dahulu dengan cara ditimbang 5 gram masing-masing sampel dengan neraca analitik. Untuk menjaga agar sampel tetap homogen, maka diletakkan masing-masing sampel pada wadah (toples) tertutup, bertujuan untuk menghindari adanya tranfer kontaminan

berupa pengotor atau logam berat yang berasal dari wadah mauapun dari luar wadah seperti pada Gambar 4.1 (Syarief dan Irawati,1988).



Gambar 4.1 Sampel Jamu Pegal Linu dalam Wadah Tertutup dengan Merk berbeda

4.2 Pengaturan Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

Spektrofotometer 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, 1992). SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya.

Pengaturan alat bertujuan untuk memperoleh 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.

Panjang gelombang dari logam timbal (Pb) salah satunya 217 nm, yang merupakan panjang gelombang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi. Cahaya pada panjang gelombang tersebut mempunyai cukup energi untuk mengubah tingkat elektronik atom timbal (Pb) sehingga menghasilkan garis spektrum yang tajam dengan intensitas yang maksimum. Selain itu, digunakan 217 nm, karena menggunakan larutan standar timbal (Pb) dengan konsentrasi 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L dan 1,4 mg/L.

Lebar celah dapat mengontrol gangguan spektra tertentu, misalnya garis-garis yang terabsorpsi dari gas pengisi lampu katoda cekung, garis-garis yang tidak teradsorpsi dari logam katoda, dan pita-pita molekul dalam nyala. Gangguan-gangguan ini dapat dikontrol dengan mengurangi lebar celah. Pada penelitian ini, kondisi optimum lebar celah 1,0 nm (merujuk pada ketetapan panjang gelombang). Hal ini menunjukkan bahwa semakin kecil lebar celah maka dapat mengurangi gangguan spektra.

Kuat arus lampu katoda dianjurkan diusahakan seoptimal mungkin, karena pemberian kuat arus yang terlalu rendah akan menyebabkan intensitas dari lampu katoda juga rendah sehingga energi yang diberikan juga rendah. Laju alir-asetilen yang digunakan sebagai gas pembakar dan udara untuk logam timbal (Pb) adalah 10,0 L/menit dan 2,0 L/menit. Asetilen-udara berfungsi membawa sampel dalam bentuk larutan agar masuk ke dalam sistem pengkabutan yang akan mengubah sampel larutan menjadi aerosol halus (uap) yang siap masuk ke dalam sistem nyala untuk atomisasi. Beberapa kelebihan gas pembakar dan oksidator asetilen-udara

yaitu dapat memberikan hasil yang maksimal, digunakan untuk berbagai unsur dan memiliki sensitivitas dan kecermatan yang tinggi.

Optimasi pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) bertujuan mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan respon terbaik. Optimasi (SSA) seperti pada Tabel 4.1 dilakukan dengan menentukan nilai parameter dari alat tersebut. Kondisi optimum analisis suatu unsur diperoleh dengan mengukur serapan maksimum unsur tersebut pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir asetilen dan tinggi pembakar.

Tabel 4.1 Kondisi Optimum Peralatan SSA Pada Timbal (Pb)

Parameter	Satuan	Timbal (Pb)
Panjang gelombang	Nm	217
Laju alir asetilen	L/menit	2,0
Laju alir udara	L/menit	10,0
Kuat arus HCl	μA	10,0
Lebar celah	Nm	1,0
Tinggi burner	Mm	0,0

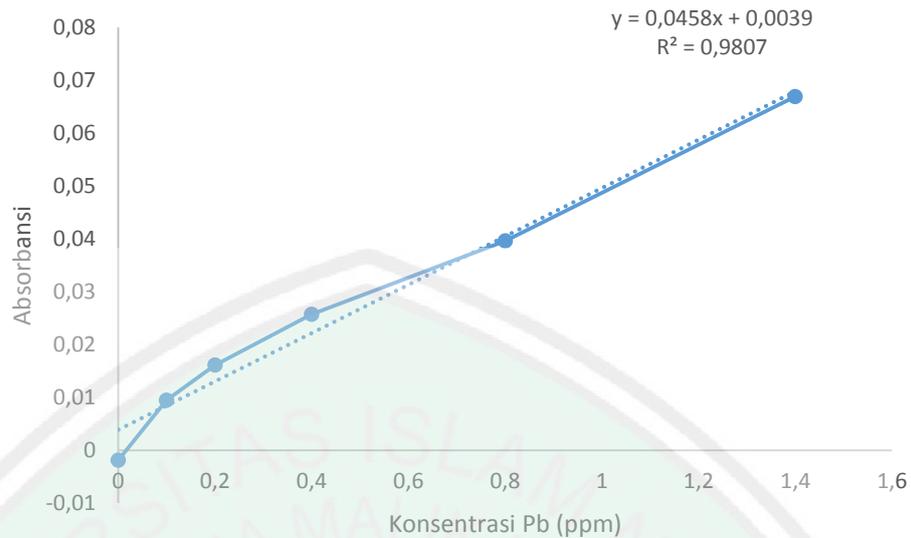
Optimasi tinggi pembakar digunakan untuk mendapatkan populasi atom yang terbanyak sehingga pembakaran dapat tepat pada lintasan energinya. Sedangkan optimasi laju alir gas pembakar dan oksidan berpengaruh pada suhu pengatoman. Jika gas pembakar kurang, maka energi untuk pengatoman kurang sempurna. Jika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

4.3 Pembuatan Kurva Standar

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

Berdasarkan data yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi larutan standar (x) terhadap absorbansinya (y), sehingga dapat ditentukan persamaan garis regresi liniernya. Kurva kalibrasi logam timbal ditunjukkan pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik Kurva Standar Logam Timbal (Pb)

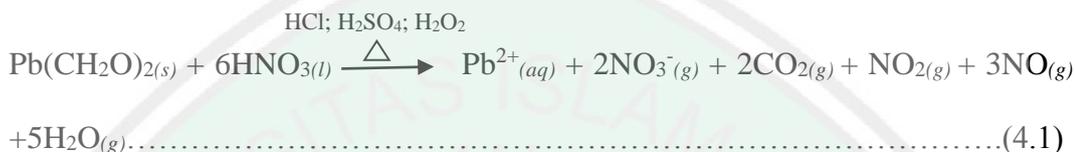
Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula absorbansi, sehingga persamaan dari kurva standar logam timbal (Pb) didapatkan persamaan linear $y = 0,0458x + 0,0039$ dimana y adalah absorbansi, a adalah slope, x adalah konsentrasi sedangkan b adalah intersep. Sehingga didapatkan nilai koefisien korelasi (r^2) sebesar 0,9807 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 Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A). 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 4.2 diatas adalah: $y = 0,0458x + 0,0039$ dengan nilai linearitas $R^2 = 0,9807$. Sensitivitas yang diperoleh dari pembuatan kurva standar Pb ditunjukkan dengan nilai *slope* (kemiringan) sebesar 0,0458. Nilai tersebut menunjukkan setiap perubahan konsentrasi (sumbu x) akan memberikan perubahan terhadap nilai absorbansi (sumbu y) sebesar 0,0458.

4.4 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik pada Timbal (Pb) dalam Sampel

Analisis dengan menggunakan SSA akan berhasil dengan baik apabila pemilihan metode destruksinya yang tepat. Metode destruksi yang paling baik dalam analisis logam adalah metode destruksi basah tertutup dibandingkan terbuka dan kering. 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. Setelah semua sampel homogen kemudian diambil sebanyak 0,5 gram untuk didestruksi dengan penambahan zat pengoksidasi berupa $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{SO}_4$ (3:1), sedangkan 1 gram sampel jamu digunakan untuk zat pengoksidasi $\text{HNO}_3:\text{HCl}$ (3:1) dan $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$ (3:1). Penggunaan sampel sebanyak 0,5 gram pada $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{SO}_4$ (3:1) agar sampel terdestruksi secara sempurna sehingga hasilnya berupa larutan jernih. Penambahan zat pengoksidasi dengan variasi berbeda ini bertujuan untuk mengetahui zat pengoksidasi terbaik pada jamu pegal linu dengan merk berbeda sehingga diperoleh kadar logam yang maksimal.

Proses destruksi dilakukan dengan penambahan zat pengoksidasi HNO₃:H₂SO₄ (12 mL : 3 mL), HNO₃:HCl (12 mL : 3 mL), dan HNO₃:H₂O₂ (12 mL : 3 mL). Penggunaan variasi zat pengoksidasi bertujuan untuk memperoleh kadar logam maksimal dalam proses destruksi. Adapun reaksi yang terjadi antara asam nitrat dengan zat pengoksidasi yang lain dapat dilihat pada Persamaan 4.1:



Proses destruksi dilakukan dengan bantuan pemanasan menggunakan *water bath* dengan suhu 80 °C dibawah titik didih asam nitrat 121 °C. Penggunaan suhu 80 °C untuk mencegah penguapan yang terlalu banyak pada saat proses destruksi. Dalam keadaan tertutup akan memiliki tekanan yang berbeda antara didalam labu dan diluar labu. Dengan adanya perbedaan tekanan tersebut berarti didalamnya ada asap yang terbentuk yang mana akan membuat daerah vakum memiliki suhu yang lebih tinggi. Akibatnya, jika memakai suhu 100 °C maka tingkat volatilitasnya akan meningkat. Dengan semakin meningkatnya volatilitas maka zat pengoksidasi yang keluar akan semakin banyak. Asam nitrat merupakan asam yang paling utama dan sering digunakan dalam proses destruksi. Dalam keadaan panas, asam nitrat akan mengoksidasi logam, sehingga logam dapat larut sempurna. Penguraian bahan organik oleh asam nitrat akan menghasilkan gas CO₂ dan NO₂ yang ditandai dengan terbentuknya gelembung-gelembung gas berwarna hitam kecoklatan selama proses pemanasan. Reaksi pembentukan gas NO₂ dari oksigen dapat dilihat pada Persamaan 4.2.



Terbentuknya gas NO_2 berwarna cokelat kemerahan mengindikasikan terjadinya proses reaksi redoks sedang berlangsung. Fungsi penambahan untuk asam sulfat, asam klorida maupun asam peroksida sebagai katalis. Penggunaan kombinasi asam lebih menguntungkan dibandingkan asam tunggal karena dapat memberikan kekuatan asam yang lebih baik sehingga dapat melarutkan logam-logam yang terdapat dalam sampel organik.

Apabila sudah diperoleh larutan yang bening, proses destruksi ini dapat dihentikan yang menandakan bahwa 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 dan kertas saring kasar untuk memisahkan residu yang masih terdapat dalam larutan, seperti gumpalan minyak hasil destruksi dan pengotor lainnya. Kemudian diencerkan dengan larutan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas dan dihomogenkan. Pengenceran menggunakan HNO_3 0,5 M karena kondisi yang ideal untuk suatu analisis menggunakan metode nyala SSA adalah larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar (Rohman, 2007). Untuk asam peroksida dan asam klorida dilakukan pengenceran sebanyak 20 mL sedangkan asam sulfat menggunakan pengenceran 250 mL. Hal ini dikarenakan ketika dilakukan pengukuran konsentrasi timbal (Pb) dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) diperoleh hasil *Over* atau tidak terbaca karena kadarnya

terlalu tinggi . Kemudian dilakukan pengujian kadar timbal terukur dengan variasi zat pengoksidasi yang digunakan seperti pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Kadar logam timbal (Pb) dalam larutan sampel menggunakan destruksi basah tertutup secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

No.	Pelarut	Rata-rata Kadar logam Pb dalam larutan (mg/Kg)
1.	HNO ₃ :HCl (3:1)	7,46
2.	HNO ₃ :H ₂ O ₂ (3:1)	5,52
3.	HNO ₃ :H ₂ SO ₄ (3:1)	138,89

Untuk menentukan ada tidaknya pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap perolehan kadar logam digunakan analisis secara statistik. Data yang diperoleh kemudian dianalisis dengan one way anova. Uji statistik dengan one way anova menggunakan taraf signifikansi sebesar 99%. Kemudian dilakukan pengujian hipotesis:

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

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

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

Tabel 4.3 Hasil uji one way anova pengaruh variasi zat pengoksidasi terhadap kadar timbal (Pb) dalam jamu pegal linu

Sumber Variasi	SS	Df	Mean	F _{hitung}	F _{tabel}	Sig.
Perlakuan	35063.57	2	17531.83	2583.14	10.92	0.000
Galat	40.72	6	6.79			
Total	35104.39	8				

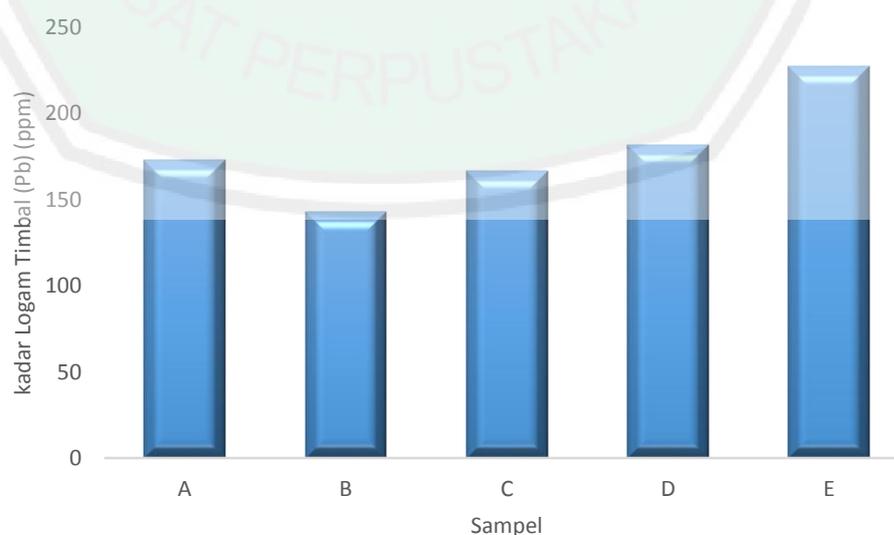
Berdasarkan Tabel 4.3 dengan menggunakan tingkat kesalahan 0,01 maka diperoleh nilai F hitung sebesar 2583,14 sedangkan nilai F tabel sebesar 10,92, maka sesuai aturan dimana F hitung > F tabel maka H₀ ditolak dan H₁ diterima, artinya terdapat pengaruh yang signifikan antara variasi zat pengoksidasi dengan kadar logam timbal (Pb) dalam jamu pegal linu. Dari hasil destruksi didapatkan rata-rata kadar timbal (Pb) dengan menggunakan pelarut HNO₃:HCl (3:1) sebesar 7,46 mg/Kg. Sedangkan pada variasi HNO₃:H₂O₂ (3:1) diperoleh 5,52 mg/Kg. Begitupula HNO₃:H₂SO₄ (3:1) sebesar 138,89 mg/Kg. Dari hasil tersebut HNO₃:H₂SO₄ (3:1) merupakan zat pengoksidasi yang paling efektif dalam mendestruksi jamu pegal linu karena memberikan perolehan kadar logam timbal yang paling tinggi.

Berdasarkan data yang diperoleh dapat ditinjau dari dua aspek yaitu kemampuan suatu asam dalam mengoksidasi kemudian yang kedua dari hidrolisis asam. Pertama, asam sulfat memiliki kekuatan dalam mengoksidasi yang lebih dominan dari asam klorida maupun asam peroksida. Asam sulfat sendiri bisa direduksi (pengurangan jumlah atom oksigen) lebih rendah menjadi sulfida dan sulfit. Kemudian peroksida direduksi menjadi air sedangkan asam klorida kalau dilihat bukan merupakan pengoksidasi sehingga melalui proses hidrolisis yang berfungsi sebagai katalis. Menurut Twyman (2005) penggunaan kombinasi asam

sebagai agen digesti lebih menguntungkan jika dibandingkan dengan asam tunggal. Kombinasi asam akan memberikan kekuatan asam yang lebih baik dalam melarutkan logam-logam yang terdapat dalam sampel organik dan mendegradasi sampel organik.

4.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Tiap Sampel Jamu Pegal Linu Dengan Merk Berbeda

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam tiap sampel jamu pegal linu ini menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan zat pengoksidasi terbaik yaitu $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ (3:1). Penelitian ini menggunakan sampel jamu pegal linu dengan brand A, B, C, D, dan E. 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 seperti dalam Gambar 4.3.



Grafik 4.3 Kadar logam timbal (Pb) dalam jamu dengan merk berbeda menggunakan zat pengoksidasi H_2SO_4

Berdasarkan Gambar 4.3 dapat diketahui bahwa kadar rata-rata logam timbal (Pb) pada jamu pegal linu kadar yang berbeda-beda, untuk sampel A sebesar 173,02 mg/Kg, sampel B rata-rata kadar timbal (Pb) sebesar 142,69 mg/Kg, sedangkan sampel C sebesar 166,44 mg/Kg, sampel D sebesar 181, 57 mg/Kg, dan sampel E sebesar 227,52 mg/Kg. Hasil analisis menunjukkan bahwa tiap sampel memiliki kadar yang tinggi dan bervariasi. Hal tersebut disebabkan adanya kontaminasi logam timbal dalam jamu disebabkan beberapa faktor seperti proses produksi, kondisi budidaya, dan kemasan dalam jamu.

Proses produksi jamu kemungkinan besar terjadi pengeroposan atau pengkaratan logam pada alat tersebut sehingga terjadi migrasi ke produk jamu. Begitupula dengan penggunaan pupuk dan pestisida yang mengkontaminasi logam timbal (Pb) pada jamu. Pupuk yang digunakan adalah pupuk fosfat dan pupuk kandang karena dari jamu pegal linu salah satu komposisinya yaitu jahe. Tanaman jahe sangat efektif apabila dalam budidayanya menggunakan pupuk kandang sedangkan penggunaan pestisida sendiri untuk mengurangi serangan hama. Selain dari penggunaan pupuk dan pestisida, cemaran logam timbal (Pb) pada jamu bisa melalui kemasan. Kemasan yang dimaksud disini yaitu kemasan plastik yang berfilm PVC. Dari kemasan tersebut terjadi migrasi logam timbal (Pb) menuju jamu.

Menurut Taufik, dkk (2016) Tanaman rimpang seperti jahe, kunyit, kencur, lengkuas, dan temukunci, memiliki kadar timbal (Pb) yang tinggi yaitu 4,27 mg/Kg; 4,97 mg/Kg; 4,57 mg/Kg; 4,06 mg/Kg; 4,27 mg/Kg. Berdasarkan hasil tersebut salah satu penyebabnya yaitu penggunaan air sungai sebagai sistem irigasi dalam berbudidaya tanaman rimpang atau bahan baku jamu. Air sungai yang tercemar

timbal tersebut diserap oleh tanah sehingga adanya perpindahan penyerapan logam dari tanah ke tanaman rimpang. Tanaman dapat menyerap logam pada saat kondisi kesuburan tanah tinggi dan banyaknya kandungan bahan organik seperti pupuk dan pestisida.

Untuk menentukan ada tidaknya pengaruh sampel terhadap perolehan kadar logam digunakan analisis secara statistik. Data yang diperoleh kemudian dianalisis dengan one way anova. Uji statistik dengan one way anova menggunakan taraf signifikansi sebesar 99%. Kemudian dilakukan pengujian hipotesis:

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

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

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

Tabel 4.4 Hasil uji one way anova pengaruh kadar logam timbal (Pb) terhadap masing-masing merk jamu pegal linu

Sumber Variasi	SS	df	Mean	F_{hitung}	F_{tabel}	Sig.
Perlakuan	11608.1	4	2902.0	95.08	5.99	0.000
Galat	305.2	10	30.5			
Total	11913.3	14				

Berdasarkan Tabel 4.4 dengan menggunakan tingkat kesalahan 0,01 maka diperoleh nilai F hitung sebesar 95,08 sedangkan nilai F tabel sebesar 5,99, maka sesuai aturan dimana $F_{hitung} > F_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_1 diterima, artinya terdapat pengaruh yang signifikan antara merk sampel dengan kadar logam timbal (Pb) dalam jamu pegal linu.

Batas maksimum untuk jamu menurut BPOM (2014) 10 mg/Kg sehingga sudah jelas ke lima sampel jamu tidak memenuhi syarat. Namun masih bisa ditoleransi dengan porsi konsumsi jamu yang lebih sedikit salah satunya melalui ADI. ADI atau batas asupan harian yang diperbolehkan untuk meminimasi logam berat terhadap kesehatan manusia. Menurut SNI (2009) *Provisional Tolerable Weekly Intake* (PTWI) timbal adalah 25 $\mu\text{g/Kg}$ berat badan atau sama dengan 0,025 mg/Kg berat badan. Bila rata-rata berat badan manusia adalah 60 kg, maka kadar timbal (Pb) yang dapat ditoleransi oleh tubuh sebanyak 1,5 mg/hari. Dengan demikian masing-masing jamu dari merk A sampai E aman dikonsumsi.

4.6 Kajian Hasil Analisis dalam Perspektif Islam

Salah satu mukjizat Al Quran ialah perhatiannya terhadap persoalan pangan sebagai unsur penting misalnya dalam penelitian ini menggunakan sampel jamu. Menurut Agromedia (2008) gaya hidup *back to nature* kembali tren saat ini sehingga masyarakat kembali memanfaatkan berbagai bahan alam, termasuk pengobatan dengan tumbuhan herbal atau jamu. Pada hakekatnya sudah sejak dahulu masyarakat Indonesia mengenal dan menggunakan tanaman obat sebagai salah satu upaya menanggulangi berbagai masalah kesehatan, selain itu efek samping dari jamu relatif kecil.

Konsumsi harian logam Pb menurut SNI (2009) PTWI (*Provisional Tolerable Weekly Intake*) timbal (Pb) yaitu 25 µg/Kg BB atau sama dengan 0,025 mg/Kg berat badan. Bila rata-rata berat badan manusia adalah 60 kg, maka kadar timbal (Pb) yang dapat ditoleransi oleh tubuh sebanyak 1,5 mg/hari . Sedangkan kadar Pb pada jamu dengan merk yang berbeda diperoleh kadar untuk sampel A 1,04 mg/bungkus; sampel B 0,85 mg/bungkus; sampel C 0,99 mg/bungkus; sampel D 1,089 mg/bungkus, dan sampel E 1,25 mg/bungkus. Hasil tersebut menunjukkan bahwa dari sampel A sampai E merupakan makanan halalan toyiban. Makanan halalan toyiban terdapat dalam Firman Allah SWT QS. al Maidah (5), 88:

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

Artinya: “Dan makanlah makanan yang halal lagi baik dari apa yang Allah telah rezezikikan kepadamu, dan bertakwalah kepada Allah yang kamu beriman kepada-Nya” (QS. al Maidah (5), 88).

Surah al Maidah ayat 88 memerintahkan orang-orang beriman untuk mengkonsumsi makanan halalan toyyiban yang Allah SWT telah sediakan untuk memenuhi kebutuhan manusia. Sebagai contoh penggunaan jamu dengan formulasi yang tepat sangat penting dan tentunya aman dikonsumsi. Keamanan pangan ini terdapat dalam QS. al A’raaf (7), 31:

يٰۤاٰدَمُ خُذْ زِينَتَكَ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلْ وَاشْرَبْ وَلَا تُسْرِفْ اِنَّهُ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِيْنَ ﴿٣١﴾

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” (QS. al-A’raaf (7), 31).

Berdasarkan surah al A’raf ayat 31, Ibn Katsir menafsirkan bahwa dianjurkan agar tidak boleh makan atau minum berlebihan. Maksud dari kata

berlebihan ialah tidak melampaui batas yang dibutuhkan oleh tubuh serta halal cara memperolehnya sehingga dapat dikatakan jamu yang telah diteliti merupakan minuman halalan toyyiban . Makanan atau minuman yang halalan toyyiban sangat berguna bagi kita, baik untuk jasmani maupun rohani. Hasil dari minuman atau makanan yang halalan toyyiban akan membawa kebarokahan bagi diri kita, maupun keluarga kita. Barokah disini bukan berarti banyak, walau jumlahnya sedikit tetapi cukup untuk konsumsi sehari-hari.

Salah satu komponen yang ada pada jamu yaitu jahe. Jahe memiliki kegunaan yang cukup beragam, antara lain sebagai rempah-rempah, minyak atsiri, pemberi aroma, ataupun sebagai obat (Bartley dan Jacobs, 2000). Sesungguhnya tidak ada yang dapat memberikan kesembuhan ‘dari suatu penyakit kecuali Allah SWT. Allah SWT berfirman dalam QS. asy Syuvara’ (26), 80:

وَإِذَا مَرَضْتُ فَهُوَ يَشْفِينِ ﴿٨٠﴾

Artinya: “Dan apabila aku sakit, Dialah Yang menyembuhkan aku” (QS. asy Syuvara’ (26), 80).

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

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

1. Zat pengoksidasi terbaik logam timbal pada sampel jamu pegal linu dengan destruksi basah *refluks* adalah $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ (3:1).
2. Analisis Kadar logam timbal pada masing-masing sampel A, B, C, D, dan E secara berturut – turut sebesar 173,02 mg/kg; 142,69 mg/kg; 166,44 mg/kg; 181,57 mg/kg dan 227,52 mg/kg.

5.2 Saran

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

1. Perlu dilakukan analisis kadar logam berat seperti arsen, dan merkuri pada jamu berbagai macam bentuk sediaan seperti seduhan, kapsul, dan tablet.
2. Dilakukan uji lanjutan dengan menggunakan metode destruksi basah menggunakan *microwave*.

DAFTAR PUSTAKA

- Agromedia Redaksi. 2008. *Buku Pintar Obat Tradisional*. Jakarta : Agromedia Pustaka
- Alloway, B.J. 1990. *Heavy Metal in Soils*. New York : John Willey and Sons inc
- Al-Maraghi, Ahmad, M. 1992. Terjemah Tafsir Al-Maraghi Jilid 14. Semarang : CV. Toha Putra
- Anderson, R. 1987. *Sample Pretreatment and Separation*. Chicester : John Willey and Sons
- Atinafu, T., Mekonnen, T., and Somasundaram, J. 2015. Determination Of Some Toxic Heavy Metal Accumulation In Medicinal Plants Commonly Used In Gondar Area District, Northwestern Ethiopia. *International Journal of Pharmacy and Analytical Research*. 4(4) : 399-405
- Balai Besar Litbang Tanaman Obat dan Obat Tradisional. 2010. Aplikasi Dokter dalam Klinik Jamu. Tawangmangu
- Bartley, J., dan A, Jacobs. 2000. Effects of Drying on Flavour Compounds in Australian-grown Ginger (*Zingiber Officinale*). *Journal of The Science of Food and Agriculture*. 80:209-215
- Basset, J., R. C. Denney, G.H , Jeffrey, J. Mendhom. 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisa Kuantitatif Anorganik*. Jakarta : EGC
- Badan POMRI. (2014). *Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 12 Tahun 2014 Batas Cemar Logam Berat pada Obat Tradisional*. Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan
- Cahyadi, W. 2004. *Bahaya Pencemaran Timbal Pada Makanan dan Minuman*. Bandung: Fakultas Teknik UNPAS, Departemen Farmasi Pascasarjana ITB
- Charlena. 2004. *Pencemaran Logam Berat Timbal (Pb) dan Cadmium (Cd) pada Sayur - sayuran*. Bogor : Program Pasca Sarjana IPB
- Chasten, T.G. 2000. *Atomic Absorption Spectroscopy*. Texas : Department Of Chemistry, Sam Houston State University
- Chaudari G.M., dan Raghunath, T.M. 2015. Comprehensive Study On Pharmacognostic, physic and Phytochemical evaluation Of Terminalia Arjuna Roxb. Stem Bark. *Jurnal of Pharmacognosy and Phytochemistry*.4(3) : 186-193

- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: UI Press
- Day dan Underwood. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga
- Dghaim, R., Al Khatib, S., Rasool, H., dan Khan, M.A. 2015. Determination Of Heavy Metals Concentration In Traditional Herbs Commonly Consumed In The United Arab Emirates. *Journal of Environmental and Public Health*. 2(1): 1-7
- Erdayanti, P. 2015. Analisis Kandungan Logam Timbal pada Sayur Kangkung dan Bayam di Jalan Kartama Pekanbaru Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Journal of Medikal FMIPA*. 2(1) : 130-135
- Gandjar, I.G. dan Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Gusnita, Dessy. 2010. *Analisis Emisi (CO, HC dan opasitas) Hasil Uji Petik Kendaraan Bermotor di DKI Jakarta*, Prosiding Seminar Nasional, LAPAN, Bandung
- Haris, A. 1992. *Prinsip Dasar Spektrofotometri Atom*. Semarang : MIPA-UNDIP
- Hartanti, D. 2012. Kontaminasi Pada Obat Herbal. *Pharmacy* 9(3) : 42-55
- Hartini, E. 2011. Kadar Plumbum (Pb) Dalam Umbi Bawang Merah DI Kecamatan Kersana Kabupaten Brebes. *Jurnal Visikes* 10(1) : 69-75
- Hidayat, Yayan Sofyan. 2016. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Coklat Batang Menggunakan variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom(SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains Dan Teknologi UIN Malang
- Husna, Okta Letri., Hanifah, T.A., dan Kartika, G.F. 2015. Analisis Kandungan Logam Timbal, Kadmium, dan Merkuri dalam Produk Jamu Pegal Linu yang Beredar di Kota Pekanbaru. *Journal of Medical FMIPA*. 2(1) : 130-135
- Khopkar, S. M. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press
- Korfali, S.I., Mrouch, M., Al-Zein, M., dan Salem, R. 2013. Metal Concentration In Commonly Used Medicinal Herbs And Infusion By Lebanese Population : Health Impact. *Journal of Food Research* . 2(2) : 70-82
- Kosalec, I., Cvec, J., dan Tomic, S. 2008. Contaminats Of Medicinal Herbs and Herbal Products. *Arg Hig Rada Toksikol* 60(1) : 485-501

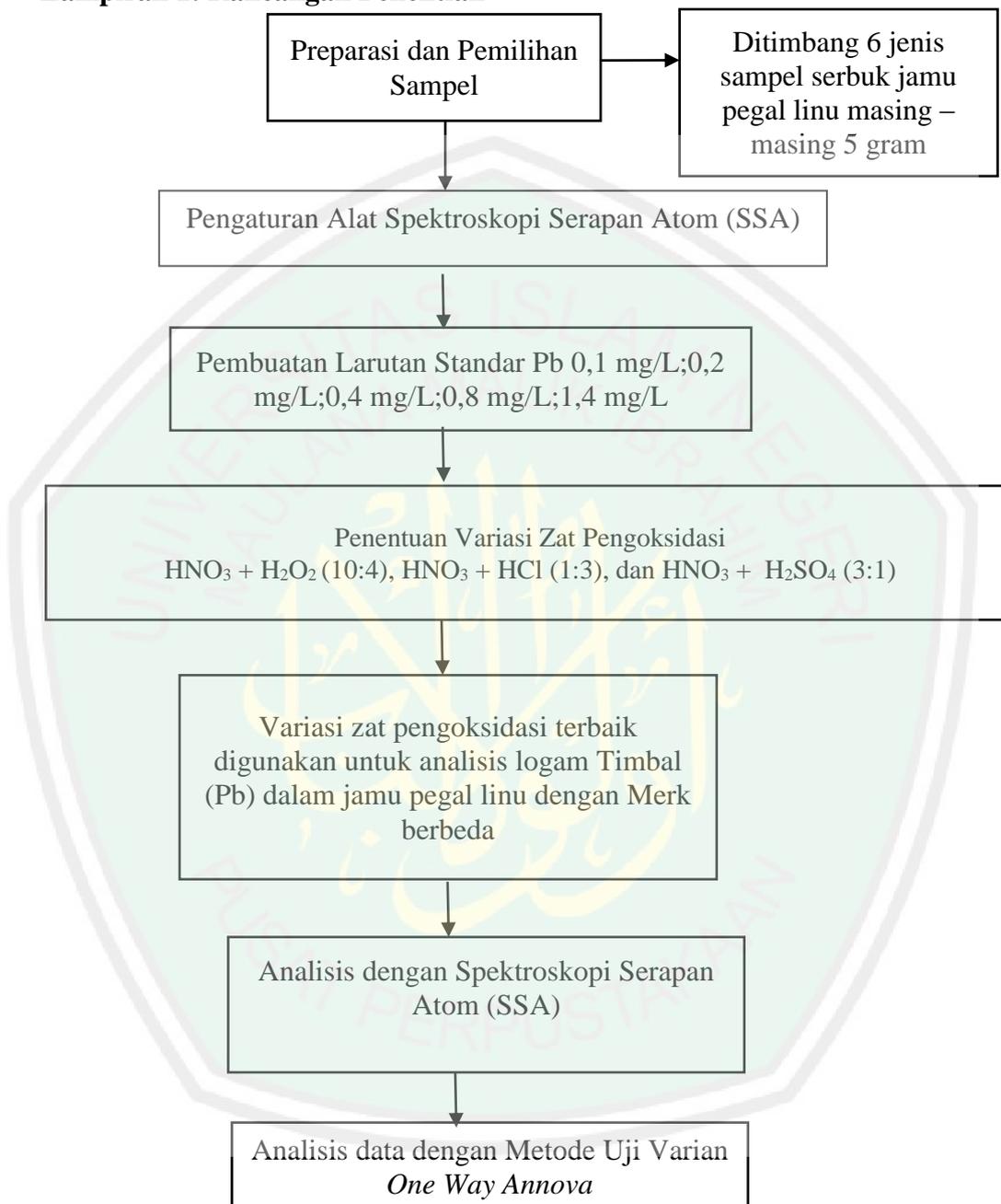
- Kristianingrum, S. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel Dan Efeknya. *Laporan Hasil Prosiding Seminar*. Yogyakarta : Universitas Negeri Yogyakarta
- Limananti, Ika. A dan Triratnawati Atik. 2003. Ramuan Jamu Cekok sebagai Penyembuhan Nafsu Makan pada Anak: Suatu kajian Etnomedisin. Universitas Gadjah Mada Yogyakarta. *Jurnal Makara Kesehatan*. 7(1) : 11-20
- Maghrabi, I. A. 2014. Determination Of Some Mineral And Heavy Metals In Saudi Arabia Popular Herbal Drugs Using Modern Techniques. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*. 8(39) : 1000-1005
- Marini, Q. 2005. Pemeriksaan Cemaran Pb(II) pada Daun The (*Camellia sinensis* L.O. Kunize) yang Ditanam Di pinggir jalan Di Daerah Alahan Panjang Sumatera Barat Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi*. Padang : FMIPA-Universitas Andalas
- Masfi, B.R., Dewi, D.C., Jannah, A., dan Adi, T.K. 2015. Analisis Kadar Logam Kadmium (Cd) Dan Timbal (Pb) Pada Kerupuk Teripang *Paracaudina Australis* Asal Kelurahan Kenjeran Surabaya Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Journal Chemistry 2010*. Malang : Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Mousavi, Z., Parisa, Z., Mahdieh, E. D., and Mahnaz, Q. 2014. Heavy Metals (Lead and Cadmium) in Some Medicinal herbal Products In Iranian Market. *Iranian Journal of Toxicology*. 8(24) : 1004-1010
- 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
- Pramono, Jarwo. 2010. *Jamu Ramuan Surga Plus Pijat Refleksi*. Resep Kita
- Rifqi, I.A., Dewi, Diana C.D., dan Nashichuddin, A. 2015. Penentuan Kadar Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih Menggunakan Destruksi Basah Tertutup Secara Spektrofotometri Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD). *Journal of Chemistry*. Malang : Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Rodiana, Y., Maulana, H., dan Nurhasni. 2013. Pengkajian Metode Untuk analisis Total Logam Berat Dalam Sedimen Menggunakan Microwave Digestion. *Ecolab*. 7(2) : 71-80
- Setiawan, B. M. 2012. Proses Produksi jamu Sediaan Serbuk dan Pil di PT. Putro Kinasih. *Tugas Akhir*. Fakultas Pertanian Universitas Sebelas Maret

- Setyawan, A. D. 2004. Pencemaran Logam Berat Fe, Cd, Cr, dan Pb pada lahan Pertanian di Provinsi Jawa Tengah. *ISSN Enviro*. Semarang
- Setyorini, D., Soeparto, dan Sulaeman. 2003. *Dalam Prosiding Seminar Nasional Peningkatan Kualitas Lingkungan Dan Produk Pertanian : Pertanian Produktif Ramah Lingkungan Mendukung Ketahanan Dan Keamanan Pangan*. Jakarta : Pusat Penelitian Dan Pengembangan Tanah dan Agroklimat, Badan Penelitian Dan Pengembangan Pertanian
- Shihab, Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah : Pesan, Kesan, dan keserasian A-Qur'an*. Jakarta : Lentera Hati
- Soedibyo, B.M. 1992. *Pendayagunaan Tanaman Obat : Prodding Forum Komunikasi Ilmiah, Hasil Penelitian Plasma Nutfah dan Budidaya Tanaman Obat*. Bogor : Pusat Penelitian dan Pengembangan Tanaman Industri
- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2004. *SNI 06-0182-2004 Tentang Bahan Kemasan Dalam Makanan*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional
- Standar Nasional Indonesia (SNI). 2009. *SNI 7387 : 2009 Batas Maksimum Cemaran Logam Berat Dalam Makanan*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional
- Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*. Yogyakarta : Laboratorium Instrumentasi Terpadu UII
- Syarief, R., dan A. Irawati, 1988. *Pengetahuan Bahan untuk Industri Pertanian*. Jakarta : Mediyatama Sarana Perkasa
- Taufikurrahman., Dewi, D.C., dan Mahmudah, R. 2016. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu) dalam Tanaman Rimpang menggunakan Metode Destruksi Basah secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Journal of Chemistry*. Malang : Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
- Twyman, R., M. 2005. *Wet Digestion Sample Dissolution For Elemental Analysis*. York : UK Elsevier Ltd
- Uddin, ABM. Helai., Reem, S. K., Mohamed, A., Abdualrahman, M. A., dan Abdulrazak, K. 2016. Comparative Study Of Three Digestion Methods For Elemental Analysis In Traditional Medicine Products Using Atomic Absorption Spectrometry. *Journal of Analytical Science and Technology*. 7(6) : 2-7
- Vaikosen, E.N dan O Alade, G.O 2011. Evaluation Of Pharmacognostical Parameters And Heavy Metals In Some Locally Manufactured Herbal Drugs. *J. Chem. Pharm. Res*. 3(2) : 88-97

- Varian. 1989. *Analytical Methods*. Australia : Mulgrave Victoria
- Wahidin. 2009. Analisis zat Besi Dari Susu Sapi Murni Dan Minuman Susu Fermentasi Yakult, Calpico dan Vitacharm Secara Destruksi Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Tesis*. Diterbitkan.Medan : Universitas Sumatera Utara
- Wahyuni, A., S., dan Tanti, A., S. 2004. Studi Aktivitas Daya Analgetik Jamu Pegal Linu. *Jurnal Penelitian Sains dan Teknologi*. 5(1) : 21-32
- Widowati, W. Sastiono, A. dan Jusuf, R. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Penemaran*. Yogyakarta : Penerbit Andi
- Wulandari, E. A dan Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucheuma cottonii*). Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS). *Skripsi*. Jurusan Kimia Universitas Diponegoro
- Yawar, W., Naeem, K., Akhter, P., Rehana, I., dan Saeed, M. 2009. Assessment of three digestion procedures for Zn contents in Pakistani soil by flame atomic absorption spectrometry. *Journal of Saudi Chemical Society*. 1(4) : 125-129
- Ziarati, P. 2012. Determination Of Some Heavy Metals In popular Medicinal plants Of Tehran's Market. *Journal Of Pharmaceutical and Health Sciences*. 1(3) : 31-36

LAMPIRAN

Lampiran 1: Rancangan Penelitian



LAMPIRAN

Lampiran 2: Diagram Alir

1. Pemilihan dan Preparasi Sampel

6 jamu pegal linu

- Dibeli sampel di Kota Malang dengan ketentuan BPOM
- Ditimbang masing-masing sampel sebanyak 5 gram
- Dicampur hingga homogen

Hasil

2. Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

- Diatur panjang gelombang 217 nm
- Diatur laju alir asetilen 2,0 L/menit
- Diatur laju alir udara 10,0 L/menit
- Diatur kuat arus HCl 10,0 μ A
- Diatur lebar celah 1,0 nm
- Diatur tinggi burner 2,0 mm

Hasil

3. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Larutan Stok Pb 1000 mg/L

- Diambil 1 mL larutan Pb 1000 mg/L
- Dimasukkan dalam labu takar 100 mL dan ditanda bataskan

Larutan Standar Pb 10 mg/L

- Diambil masing-masing 0,5 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; dan 7,0 mL larutan baku standar 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL
- Diencerkan sampai tanda batas, sehingga diperoleh larutan standar Pb 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L
- Diukur dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 217 nm

Hasil

4. Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik Dari Berbagai Jenis Zat Pengoksidasi

6 Sampel Jamu Pegal Linu

- Ditimbang 1 gram campuran sampel yang telah homogen
- Ditambahkan dengan 15 mL HNO₃ p.a + H₂O₂ p.a (10:4), HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1), HNO₃ p.a + HCl p.a (1:3)
- Dipanaskan dengan suhu 100 °C selama 3 jam hingga larutan jernih
- Didinginkan dan disaring menggunakan kertas Whatman nomor 42

Filtrat

- Dimasukkan ke dalam labu takar 20 mL dan diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas
- Diukur dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm
- Dilakukan pengulangan perlakuan sebanyak 3 kali

Hasil

5. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Jamu Pegal Linu Dengan Merk Berbeda

Sampel jamu pegal linu

- Ditimbang 1 gram dan dimasukkan dalam labu alas bulat dan diberi label
- Ditambahkan 15 ml larutan pengoksidasi terbaik
- Dipanaskan pada temperatur 100 °C selama 3 jam, hingga larutan jernih dan disaring dengan kertas Whatman 42

Filtrat

- Dimasukkan ke dalam labu ukur 20 mL
- Diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas
- Diukur kadar Pb pada panjang gelombang 217 nm menggunakan SSA
- Dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali
- Dianalisis dengan metode uji varian *One way Anova*

Hasil

LAMPIRAN

Lampiran 3. Perhitungan

1. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

- a. Pembuatan larutan 1000 ppm menjadi 10 ppm

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

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

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

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

Sehingga larutan 10 ppm dibuat dengan cara dipipet 1 mL dari larutan induk 1000 ppm kedalam labu takar 100 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

- b. Pembuatan larutan standar 0,1 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 0,1 ppm dibuat dengan cara dipipet 0,5 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

- c. Pembuatan larutan standar 0,2 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 0,2 ppm dibuat dengan cara dipipet 1,0 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

- d. Pembuatan larutan standar 0,4 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 0,4 ppm dibuat dengan cara dipipet 2,0 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

- e. Pembuatan larutan standar 0,8 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 0,8 ppm dibuat dengan cara dipipet 4,0 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

f. Pembuatan larutan standar 1,4 mg/L

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

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

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

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

Sehingga larutan 1,4 ppm dibuat dengan cara dipipet 7,0 mL dari larutan induk 10 ppm kedalam labu takar 50 mL kemudian dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas

2. Pembuatan HNO₃ 0,5 M

$$\text{Diketahui : } \rho \text{ HNO}_3 \text{ 65 \%} = 1,39 \text{ gr/cm}^3$$

$$= 1390 \text{ gr/L}$$

$$\text{Mr HNO}_3 = 63 \text{ gr/mol}$$

$$\text{HNO}_3 = \frac{65 \text{ gr HNO}_3}{100 \text{ gr Larutan}}$$

$$\frac{1390 \text{ gr}}{1 \text{ L}} = \frac{100 \text{ gr}}{V}$$

$$V = \frac{100 \text{ gr} \times 1 \text{ L}}{1390 \text{ gr}}$$

$$V = 0,0719 \text{ L}$$

$$n \text{ HNO}_3 = \frac{65 \text{ gr}}{63 \text{ gr/mol}}$$

$$n \text{ HNO}_3 = 1,0318 \text{ mol}$$

$$M \text{ HNO}_3 = \frac{n}{V}$$

$$M \text{ HNO}_3 = \frac{1,0318 \text{ mol}}{0,0719 \text{ L}}$$

$$M_{\text{HNO}_3} = 14,3505 \text{ M}$$

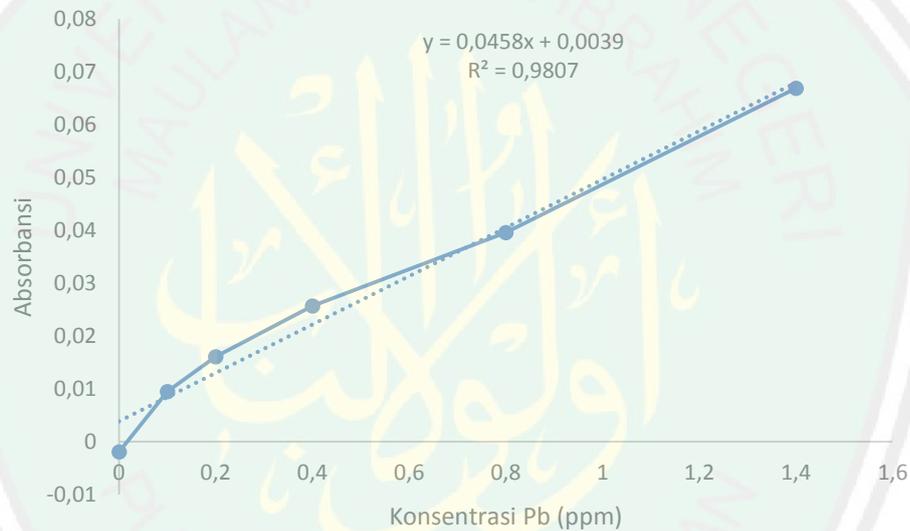
$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$14,3505 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{14,3505 \text{ M}}$$

$$V_1 = 17,42 \text{ mL}$$

3. Hasil Uji Linieritas Dan Sensitivitas



4. Hasil Uji Akurasi

a. 0,1 ppm

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

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

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

$$x = 0,1222 \text{ ppm}$$

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

$$= 122,2 \%$$

b. 0,2 ppm

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

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

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

$$x = 0,2663 \text{ ppm}$$

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

$$= 133,15 \%$$

c. 0,4 ppm

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

$$0,0257 = 0,0458x + 0,0039$$

$$0,0257 - 0,0039 = 0,0458x$$

$$x = 0,4759 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recorvery} = \frac{0,4759 \text{ ppm}}{0,4 \text{ ppm}} \times 100 \%$$

$$= 118,975 \%$$

d. 0,8 ppm

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

$$0,0396 = 0,0458x + 0,0039$$

$$0,0396 - 0,0039 = 0,0458x$$

$$x = 0,7794 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recorvery} = \frac{0,7794 \text{ ppm}}{0,8 \text{ ppm}} \times 100 \%$$

$$= 97,425 \%$$

e. 1,4 ppm

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

$$0,0669 = 0,0428x + 0,0039$$

$$0,0669 - 0,0039 = 0,0458x$$

$$x = 1,3755 \text{ ppm}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Recovery} &= \frac{1,3755 \text{ ppm}}{1,4 \text{ ppm}} \times 100 \% \\ &= 98,25\% \end{aligned}$$

5. Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) pada Hasil Destruksi dengan Variasi Zat Pengoksidasi

a. Kadar yang terbaca instrument

Larutan pengoksidasi (15 mL)	Kadar Logam Timbal (Pb) mg/Kg		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
HNO ₃ p.a + HCl p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75	0,370	0,370	0,380
HNO ₃ p.a + H ₂ O ₂ p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75	0,252	0,274	0,302
HNO ₃ p.a + H ₂ SO ₄ p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75	0,278	0,287	0,269

b. Kadar sebenarnya

Larutan pengoksidasi (15 mL)	Kadar Logam Timbal (Pb) mg/Kg		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
HNO ₃ p.a + HCl p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75	7,3970	7,3992	7,5977
HNO ₃ p.a + H ₂ O ₂ p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75	5,0384	5,4794	6,0369
HNO ₃ p.a + H ₂ SO ₄ p.a (3:1) = 11,25 mL : 3,75	138,8611	143,3852	134,4193

- **HNO₃ p.a + HCl p.a (3:1)**

$K_s = (K.instrumen \times V.sampel) / m.sampel$

$$A1 = \frac{\left(0,37 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{ L}}{(1,004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 7,3970 \text{ mg/Kg}$$

$$A2 = \frac{\left(0,38 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{ L}}{(1,001 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 7,3992 \text{ mg/Kg}$$

$$A3 = \frac{\left(0,37 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{ L}}{(1,003 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 7,5977 \text{ mg/Kg}$$

- **HNO₃ p.a + H₂O₂ p.a (3:1)**

$K_s = (K.instrumen \times V.sampel) / m.sampel$

$$B1 = \frac{\left(0,252 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{ L}}{(1,003 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 5,0384 \text{ mg/Kg}$$

$$B2 = \frac{\left(0,274 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{ L}}{(1,001 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 5,4794 \text{ mg/Kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,302 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{ L}}{(1,005 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 6,0369 \text{ mg/Kg}$$

- **HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1)**

$$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel} \times F_p) / m.\text{sampel}$$

$$C_1 = \frac{\left(0,252 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5005 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 138,8611 \text{ mg/Kg}$$

$$C_2 = \frac{\left(0,287 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 143,3852 \text{ mg/Kg}$$

$$C_3 = \frac{\left(0,269 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5003 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 134,4193 \text{ mg/Kg}$$

Keterangan : K_s = Konsentrasi sebenarnya (mg/Kg)

K.instrumen = Konsentrasi hasil pembacaan (ppm)

V.sampel = Volume sampel (L)

F_p = Faktor pengenceran

m.sampel = Massa sampel (Kg)

6. Perhitungan Kadar Timbal (Pb) dalam Jamu Pegal Linu dengan Merk Berbeda

a. Kadar yang terbaca instrument

Sampel	Larutan pengoksidasi terbaik		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
A	0,357	0,341	0,341
B	0,281	0,276	0,300
C	0,329	0,333	0,337
D	0,373	0,355	0,362
E	0,438	0,458	0,470

b. Kadar sebenarnya

Sampel	Larutan pengoksidasi terbaik		
	Ulangan 1	Ulangan 2	Ulangan 3
A	178,3216	170,3637	170,3637
B	140,3876	137,8070	149,8800
C	164,4671	166,4334	168,4326
D	186,4627	177,3935	180,8553
E	218,8249	228,7712	234,9530

• Sampel A

$$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel} \times F_p) / m.\text{sampel}$$

$$A_1 = \frac{\left(0,357 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5005 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 178,3216 \text{ mg/Kg}$$

$$A_2 = \frac{\left(0,341 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 170,3637 \text{ mg/Kg}$$

$$A_3 = \frac{\left(0,341 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 170,3637 \text{ mg/Kg}$$

• Sampel B

$$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel} \times F_p) / m.\text{sampel}$$

$$B_1 = \frac{\left(0,281 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 140,3876 \text{ mg/Kg}$$

$$B_2 = \frac{\left(0,276 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5007 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 137,8070 \text{ mg/Kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,300 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{\left(0,5004 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 149,8800 \text{ mg/Kg}$$

- **Sampel C**

$$Ks = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel} \times Fp) / m.\text{sampel}$$

$$B1 = \frac{\left(0,329 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{\left(0,5001 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 164,4671 \text{ mg/Kg}$$

$$B2 = \frac{\left(0,333 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{\left(0,5002 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 166,4334 \text{ mg/Kg}$$

$$B3 = \frac{\left(0,337 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{\left(0,5002 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 168,4326 \text{ mg/Kg}$$

- **Sampel D**

$$Ks = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel} \times Fp) / m.\text{sampel}$$

$$D1 = \frac{\left(0,373 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{\left(0,5001 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 186,4627 \text{ mg/Kg}$$

$$D2 = \frac{\left(0,355 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{\left(0,5003 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 177,3935 \text{ mg/Kg}$$

$$D3 = \frac{\left(0,362 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{\left(0,5004 \times 10^{-3} \text{ kg}\right)}$$

$$= 180,8553 \text{ mg/Kg}$$

- **Sampel E**

$$K_s = (K.\text{instrumen} \times V.\text{sampel} \times F_p) / m.\text{sampel}$$

$$E1 = \frac{\left(0,438 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5004 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 218,8249 \text{ mg/Kg}$$

$$E2 = \frac{\left(0,458 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5005 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 228,7712 \text{ mg/Kg}$$

$$E3 = \frac{\left(0,470 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 250 \times 10^{-3} \text{ L}}{(0,5001 \times 10^{-3} \text{ kg})}$$

$$= 234,9530 \text{ mg/Kg}$$

7. Analisis Data

7.1 Penentuan Zat Pengoksidasi Terbaik

Descriptives

Zat Pengoksidasi	Perlakuan	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
1	3	7.464633E0	.1152444	.0665364	7.178350	7.750916	7.3970	7.5977
2	3	5.518233E0	.5003814	.2888954	4.275217	6.761250	5.0384	6.0369
3	3	1.388885E2	4.4830130	2.5882687E0	127.752112	150.024955	134.4193	143.3852
Total	9	5.062380E1	66.2423477	2.2080783E1	-.294576	101.542176	5.0384	143.3852

Keterangan : 1 → HNO₃ + HCl (3:1)

2 → HNO₃ + H₂O₂ (3:1)

3 → HNO₃ + H₂SO₄ (3:1)

ANOVA

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	35063.667	2	17531.833	2.583E3	.000
Within Groups	40.722	6	6.787		
Total	35104.389	8			

Dependent Variable:kadar

	(I) ulangan	(J) ulangan	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	99% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	Ulangan 1	Ulangan 2	1.9464000	2.1271299E0	.651	-7.575369	11.468169
		Ulangan 3	-1.3142390E2*	2.1271299E0	.000	-140.945669	-121.902131
	Ulangan 2	Ulangan 1	-1.9464000	2.1271299E0	.651	-11.468169	7.575369
		Ulangan 3	-1.3337030E2*	2.1271299E0	.000	-142.892069	-123.848531
	Ulangan 3	Ulangan 1	131.4239000*	2.1271299E0	.000	121.902131	140.945669
		Ulangan 2	133.3703000*	2.1271299E0	.000	123.848531	142.892069
LSD	Ulangan 1	Ulangan 2	1.9464000	2.1271299E0	.395	-5.939781	9.832581
		Ulangan 3	-1.3142390E2*	2.1271299E0	.000	-139.310081	-123.537719
	Ulangan 2	Ulangan 1	-1.9464000	2.1271299E0	.395	-9.832581	5.939781
		Ulangan 3	-1.3337030E2*	2.1271299E0	.000	-141.256481	-125.484119
	Ulangan 3	Ulangan 1	131.4239000*	2.1271299E0	.000	123.537719	139.310081
		Ulangan 2	133.3703000*	2.1271299E0	.000	125.484119	141.256481

Homogeneous Subsets

kadar

Zat pengoksidasi	Perlakuan	Subset for alpha = 0.01	
		1	2
Tukey HSD ^a	2	3	5.518233
	1	3	7.464633
	3	3	1.388885E2
	Sig.		.651

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

7.2 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Tiap Sampel

Descriptives

Merk	Perlakuan	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
A	3	1.730163E2	4.5944957	2.6526333E0	161.602973	184.429693	170.3637	178.3216
B	3	1.426915E2	6.3577051	3.6706227E0	126.898118	158.484948	137.8070	149.8800
C	3	1.664444E2	1.9827727	1.1447544E0	161.518886	171.369847	164.4671	168.4326
D	3	1.815705E2	4.5767052	2.6423620E0	170.201334	192.939666	177.3935	186.4627
E	3	2.275164E2	8.1369440	4.6978668E0	207.303077	247.729656	218.8249	234.9530
Total	15	1.782478E2	29.1710996	7.5319455E0	162.093404	194.402236	137.8070	234.9530

ANOVA

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	11608.108	4	2902.027	95.075	.000
Within Groups	305.235	10	30.523		
Total	11913.343	14			

kadar

	Merk	Perlakuan	Subset for alpha = 0.01		
			1	2	3
Tukey HSD ^a	Merek 2	3	1.426915E2		
	Merek 3	3		1.664444E2	
	Merek 1	3		1.730163E2	
	Merek 4	3		1.815705E2	
	Merek 5	3			2.275164E2
	Sig.		1.000	.045	1.000

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3.000.

Dependent Variable:kadar

	(I) Merek	(J) Merek	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	99% Confidence Interval	
						Lower Bound	Upper Bound
Tukey HSD	Merek 1	Merek 2	30.3248000 [*]	4.5109833E0	.000	10.752215	49.897385
		Merek 3	6.5719667	4.5109833E0	.609	-13.000618	26.144551
		Merek 4	-8.5541667	4.5109833E0	.378	-28.126751	11.018418
		Merek 5	-54.5000333 [*]	4.5109833E0	.000	-74.072618	-34.927449
	Merek 2	Merek 1	-30.3248000 [*]	4.5109833E0	.000	-49.897385	-10.752215
		Merek 3	-23.7528333 [*]	4.5109833E0	.003	-43.325418	-4.180249
		Merek 4	-38.8789667 [*]	4.5109833E0	.000	-58.451551	-19.306382
		Merek 5	-84.8248333 [*]	4.5109833E0	.000	-104.397418	-65.252249
	Merek 3	Merek 1	-6.5719667	4.5109833E0	.609	-26.144551	13.000618
		Merek 2	23.7528333 [*]	4.5109833E0	.003	4.180249	43.325418
		Merek 4	-15.1261333	4.5109833E0	.045	-34.698718	4.446451
		Merek 5	-61.0720000 [*]	4.5109833E0	.000	-80.644585	-41.499415
	Merek 4	Merek 1	8.5541667	4.5109833E0	.378	-11.018418	28.126751
		Merek 2	38.8789667 [*]	4.5109833E0	.000	19.306382	58.451551
		Merek 3	15.1261333	4.5109833E0	.045	-4.446451	34.698718
		Merek 5	-45.9458667 [*]	4.5109833E0	.000	-65.518451	-26.373282
	Merek 5	Merek 1	54.5000333 [*]	4.5109833E0	.000	34.927449	74.072618
		Merek 2	84.8248333 [*]	4.5109833E0	.000	65.252249	104.397418
		Merek 3	61.0720000 [*]	4.5109833E0	.000	41.499415	80.644585
		Merek 4	45.9458667 [*]	4.5109833E0	.000	26.373282	65.518451
LSD	Merek 1	Merek 2	30.3248000 [*]	4.5109833E0	.000	16.028264	44.621336
		Merek 3	6.5719667	4.5109833E0	.176	-7.724570	20.868503
		Merek 4	-8.5541667	4.5109833E0	.087	-22.850703	5.742370
		Merek 5	-54.5000333 [*]	4.5109833E0	.000	-68.796570	-40.203497
	Merek 2	Merek 1	-30.3248000 [*]	4.5109833E0	.000	-44.621336	-16.028264
		Merek 3	-23.7528333 [*]	4.5109833E0	.000	-38.049370	-9.456297
		Merek 4	-38.8789667 [*]	4.5109833E0	.000	-53.175503	-24.582430
		Merek 5	-84.8248333 [*]	4.5109833E0	.000	-99.121370	-70.528297

Merek 3	Merek 1	-6.5719667*	4.5109833E0	.176	-20.868503	7.724570
	Merek 2	23.7528333*	4.5109833E0	.000	9.456297	38.049370
	Merek 4	-15.1261333*	4.5109833E0	.007	-29.422670	-.829597
	Merek 5	-61.0720000*	4.5109833E0	.000	-75.368536	-46.775464
Merek 4	Merek 1	8.5541667	4.5109833E0	.087	-5.742370	22.850703
	Merek 2	38.8789667*	4.5109833E0	.000	24.582430	53.175503
	Merek 3	15.1261333*	4.5109833E0	.007	.829597	29.422670
	Merek 5	-45.9458667*	4.5109833E0	.000	-60.242403	-31.649330
Merek 5	Merek 1	54.5000333*	4.5109833E0	.000	40.203497	68.796570
	Merek 2	84.8248333*	4.5109833E0	.000	70.528297	99.121370
	Merek 3	61.0720000*	4.5109833E0	.000	46.775464	75.368536
	Merek 4	45.9458667*	4.5109833E0	.000	31.649330	60.242403

*. The mean difference is significant at the 0.01 level.

LAMPIRAN

Lampiran 4: Dokumentasi



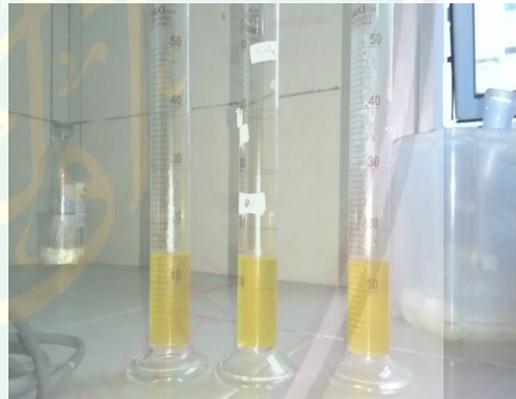
Gambar 1. Sampel jamu pegal linu (5 merk)



Gambar 2. Penimbangan sampel



Gambar 3. Sampel jamu pegal linu didestuksi refluks



Gambar 4. Sampel setelah didestruksi



Gambar 5. Penyaringan sampel



Gambar 6. Sampel setelah disaring





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

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

KARTU KONSULTASI PENELITIAN

Nama : ACHMAD FIARI AMRULLOH
 NIM : 13630026
 Judul Skripsi : Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sediaan Jamu Pegel Linyu Menggunakan Variasi Jenis Pengoksidasi Secara Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)
 Pembimbing Utama : Diana Candra Dewi, M.si
 Pembimbing Agama :
 Konsultan : Kifiatu Mahmudah, M.Si

No.	Tanggal	Materi Konsultasi	Catatan (ditulis tangan)	Panda-tangan (Pembimbing)
1.	21-4-2016	Rancangan Penelitian	Mencari Jurnal	<i>[Signature]</i>
2.	26-4-2016	Rancangan Penelitian	Mencari Jurnal	<i>[Signature]</i>
3.	2-5-2016	Bab I, II	spasi, zat Pengoksidasi	<i>[Signature]</i>
4.	3-5-2016	Bab I, III	spasi, zat Pengoksidasi	<i>[Signature]</i>
5.	10-5-2016	Bab I, II, III	BPM, kajian literatur	<i>[Signature]</i>
6.	18-5-2016	Bab II	BPM, Redasi	<i>[Signature]</i>
7.	19-5-2016	Bab II	Instrumen AAS	<i>[Signature]</i>
8.	10-8-2016	Bab II	obat tradisional maxam ²	<i>[Signature]</i>
9.	16-8-2016	Bab II	Metode Destruksi	<i>[Signature]</i>
10.	18-8-2016	Bab II	Destruksi Refluks	<i>[Signature]</i>
11.	23-8-2016	Bab II	Gambar Jamu	<i>[Signature]</i>
12.	24-8-2016	Bab II	Destruksi kasar	<i>[Signature]</i>
13.	25-8-2016	Bab II	Prinsip Kerja AAS	<i>[Signature]</i>
14.	26-8-2016	Bab II	Uji Anova	<i>[Signature]</i>
15.	22-8-2016	Bab I	Kontaminasi Timbal	<i>[Signature]</i>
16.	23-8-2016	Bab I	Fungsi zat Pengoksidasi	<i>[Signature]</i>
17.	31-8-2016	Bab II	Bab II logam Pb	<i>[Signature]</i>
18.	1-9-2016	Bab III	Rancangan percobaan	<i>[Signature]</i>
19.	6-9-2016	Bab II	Efek Timbal, zat Pengoksidasi	<i>[Signature]</i>
20.	6-9-2016	Bab II	Metode Kurva Standar	<i>[Signature]</i>



Kedalaman Spiritual, Keagungan Akhlak, Keluasan Ilmu dan Kematangan Profesional

