

**PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DALAM SAWI (*Brassica sp.*)
MENGUNAKAN METODE DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:
LAILY FEBRI RAMADANINGRUM
NIM. 12630089



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

**PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DALAM SAWI (*Brassica sp.*)
MENGUNAKAN METODE DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

SKRIPSI

Oleh:

LAILY FEBRI RAMADANINGRUM

12630089

Diajukan kepada:

Fakultas Sains dan Teknologi

Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang

Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam

Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

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

2016

PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DALAM SAWI (*Brassica sp.*)
MENGUNAKAN METODE DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh:
LAILY FEBRI RAMADANINGRUM
NIM. 12630089

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal : 29 Agustus 2016

Pembimbing I

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

Pembimbing II

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

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia

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

PENENTUAN KADAR TIMBAL (Pb) DALAM SAWI (*Brassica sp.*)
MENGUNAKAN METODE DESTRUKSI BASAH SECARA
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)

SKRIPSI

Oleh:
LAILY FEBRI RAMADANINGRUM
NIM. 12630089

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana (S.Si)
Tanggal: 29 Agustus 2016

Penguji Utama	: Eny Yulianti, M.Si NIP. 19760611 200501 2 006	(.....)
Ketua Penguji	: Susi Nurul Khalifah, M.Si NIPT. 20130902 2 317	(.....)
Sekretaris Penguji	: Diana Candra Dewi, M.Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
Anggota Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	(.....)

Mengesahkan,

Ketua Jurusan Kimia


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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Laily Febri Ramadanigrum

NIM : 12630089

Jurusan : Kimia

Judul Penelitian : Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Sawi (*Brassica sp.*)
Menggunakan Metode Destruksi Basah Secara Spektroskopi
Serapan Atom (SSA)

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

Malang, 5 September 2016

Yang Membuat Pernyataan



Laily Febri Ramadanigrum

NIM. 12630089

PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamiin

Segala puji bagi Allah, atas kehendak-Nya semua ini terwujud. Tiada yang tak mungkin bagi Allah dan tiada kekuatan kecuali dengan pertolongan Allah. Dengan memanjatkan puji syukur atas rahmat dan ridho Allah SWT bersama Nabi Muhammad SAW sehingga karya ini dapat terselesaikan dan semoga bermanfaat bagi kita semua. Amiin..

Saya Persembahkan Buah Karya Ini Untuk:

- ✓ Ayahanda dan Almarhumah ibunda, Umi Nur dan Abah tercinta.. Terimakasih atas ketulusan dan kasih sayang yang telah diberikan untukku. Terimakasih pula telah memberikan segala bentuk dukungan, materiil, dan doa tulus dari engkau.
- ✓ Suamiku tercinta.. Terimakasih atas segala ketulusan, kesabaran, pengertian, serta pengorbananmu disetiap tahapan proses belajarku.
- ✓ Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia UIN Maliki Malang, khususnya Ibu Diana dan Ibu Susi terimakasih atas ilmu dan bimbingannya.
- ✓ Teman-teman Arsitek Molekul (Kimia) angkatan 2012, khususnya teman-teman kelas C tetap jalin silaturahmi gaa..
- ✓ Teman seperjuangan yang telah menstrasfer semangat, ilmu dan energi positif lainnya yang tidak bisa disebutkan satu per satu, khususnya Ain, Badi', mbak Ita, Magda serta Kelompok Sabu (Sagur & Buah) yaitu Melinda, Chacha, Rahma. Tidak lupa pula teman-teman Tim Analitik tetap semangat dan sukses.

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur senantiasa kami panjatkan kehadirat Allah SWT, karena dengan limpahan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan penelitian ini dengan semaksimal mungkin. Sholawat serta salam selalu tetap terlimpah curahkan kepada junjungan kita Nabi Agung Muhammad SAW yang telah menuntun umatnya dari zaman jahiliyah menuju zaman yang terang benderang yaitu agama Islam, sehingga kita dapat mengetahui yang baik dan yang buruk. Terucap doa semoga kita senantiasa mendapat syafaat dan berkah darinya sehingga dapat menjalani kehidupan ini dengan penuh kedamaian.

Naskah skripsi penelitian dengan judul **“Penentuan Kadar Timbal (Pb) Dalam Sawi (*Brassica sp.*) Menggunakan Metode Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”**. Penyusunan naskah skripsi yang akan dijadikan penelitian ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban jenjang S1 dalam tugas akhir berupa skripsi. Semoga kedepannya dapat terlaksana dengan sebaik-baiknya, serta dapat memberikan hasil yang maksimal sehingga dapat memberi manfaat kepada para pembaca.

Proses penyusunan naskah penelitian ini penulis sampaikan banyak terimakasih kepada seluruh pihak yang telah membimbing, membantu, dan melancarkan terselesaikannya skripsi ini, khususnya :

1. Ayah dan ibu tercinta yang telah banyak memberikan nasihat, doa, dan dukungan baik moral maupun materil yang tak mungkin terbalaskan juga keluarga besar penulis.
2. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M.Si selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si. selaku ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen pembimbing penelitian yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan penelitian ini.

5. Ibu Susi Nurul Khalifah, M.Si selaku dosen konsultan yang telah memberikan pengarahan, bimbingan, dan nasehat kepada penulis selama menyelesaikan penelitian ini.
6. Seluruh dosen Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengamalkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Teman-teman Jurusan Kimia angkatan 2012 khususnya team Analitik dan semua mahasiswa Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi motivasi, informasi dan masukannya kepada penulis dalam menyelesaikan penelitian ini.
8. Semua rekan-rekan dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas segala bantuan dan motivasinya kepada penyusun.

Penulis sangat menyadari bahwa dalam penulisan naskah ini masih terdapat banyak kesalahan serta kekurangan. Sebagai manusia yang tak pernah lepas dari kekhilafan maka penulis meminta maaf yang sebesar-besarnya apabila dalam penyusunan naskah ini terdapat kesalahan. Untuk itu dengan segala kerendahan hati, penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun demi kesempurnaan dan peningkatan kualitas serta profesionalitas dalam dunia pendidikan serta dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya. Amiin.

Malang, 5 September 2016

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGAJUAN	ii
HALAMAN PERSETUJUAN	iii
HALAMAN PENGESAHAN	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
ABSTRAK INDONESIA	xv
ABSTRAK INGGRIS	xvi
ABSTRAK ARAB	xvii
 BAB I PENDAHULUAN	 1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	7
1.3 Tujuan Penelitian	7
1.4 Batasan Masalah	7
1.5 Manfaat Penelitian	8
 BAB II TINJAUAN PUSTAKA	 9
2.1 Klasifikasi Tanaman Sawi	9
2.1.1 Morfologi Tanaman Sawi	9
2.1.2 Varietas Tanaman Sawi	10
2.1.2.1 Sawi Hijau (<i>Brassica rapa var. parachinensis</i> L.)	10
2.1.2.2 Sawi Putih (<i>Brassica chinensis</i> L.)	11
2.1.3 Manfaat Tanaman Sawi	12
2.2 Logam	13
2.2.1 Logam Timbal (Pb)	13
2.2.2 Analisis Timbal (Pb) pada Berbagai Jenis Makanan	15
2.2.3 Toksisitas Timbal dalam Tubuh	17
2.3 Metode Destruksi	19
2.3.1 Destruksi Basah Terbuka	20
2.3.2 Destruksi Basah Tertutup	24
2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	25
2.4.1 Prinsip Dasar Analisa SSA	25
2.4.2 Mekanisme Kerja Spektroskopi Serapan Atom	26
2.4.3 Kadar Logam Timbal (Pb) dengan Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	28
2.4.4 Kelebihan dan Kekurangan Spektroskopi Serapan Atom	29
2.4.5 Teknik Analisis Kuantitatif dengan SSA	29
2.5 Uji <i>Two Way Annova</i>	30

2.6 Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam.....	31
--	----

BAB III METODOLOGI

3.1 Pelaksanaan Penelitian.....	36
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	36
3.2.1 Alat.....	36
3.2.2 Bahan	36
3.3 Rancangan Penelitian.....	37
3.4 Tahapan Penelitian.....	38
3.5 Cara Kerja.....	38
3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel Campuran	38
3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Logam Pb.....	39
3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)	39
3.5.4 Penentuan Logam Timbal (Pb) Menggunakan Destruksi Basah	39
3.5.4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka.....	39
3.5.4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup	40
3.5.5 Penentuan Zat Pengoksidasi Menggunakan Destruksi Basah Variasi Pelarut	40
3.5.6 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Sayur Sawi dengan Jenis Berbeda.....	41
3.5.7 Menganalisa Data (Validasi Data)	42
3.5.7.1 Penentuan Linearitas	42
3.5.7.2 Sensitivitas	42
3.5.7.3 Akurasi	43

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pemilihan dan Pengambilan Sampel	44
4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	45
4.3 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb).....	47
4.3.1 Batas Deteksi (LOD).....	49
4.3.2 Batas Kuantitasi (LOQ)	49
4.3.3 Nilai Akurasi.....	49
4.4 Penentuan Variasi Metode Destruksi Basah.....	50
4.4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Metode Destruksi Basah Terbuka.....	51
4.4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Metode Destruksi Basah Tertutup	54
4.5 Penentuan Metode Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi pada Timbal (Pb) dalam Sampel Sawi.....	57
4.6 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Sawi dengan Spesies Berbeda.....	61
4.7 Analisis Hasil Penelitian Menurut Perspektif Islam.....	62

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan.....	66
5.2 Saran	66

DAFTAR PUSTAKA.....	67
----------------------------	-----------



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Sawi hijau (<i>Brassica rapa var. parachinensis</i> L.)	10
Gambar 2.2 Sawi putih (<i>Brassica chinensis</i> L.).....	12
Gambar 2.3 Skema umum Komponen Spektroskopi Serapan Atom.....	28
Gambar 4.1 Sampel Campuran	45
Gambar 4.2 Grafik Kurva Kalibrasi Timbal (Pb) Pb^{2+}	48
Gambar 4.3 Diagram Perbandingan Perolehan Konsentrasi Logam Timbal (Pb) Dalam Sampel Sawi Berdasarkan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi.....	59



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kandungan gizi setiap 100 gram sawi	13
Tabel 2.2 Empat Kategori Timbal (Pb) dalam Darah Orang Dewasa.....	19
Tabel 2.3 Kondisi Optimum Peralatan SSA LogamTimbal (Pb).....	29
Tabel 3.1 Volume perbandingan zat pendestruksi	41
Tabel 3.2 Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb).....	42
Tabel 4.1 Panjang Gelombang Optimum Untuk Logam Timbal (Pb)	46
Tabel 4.2 Konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel sawi menggunakan destruksi basah terbuka secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	53
Tabel 4.3 Konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel sawi menggunakan destruksi basah tertutup secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)	55
Tabel 4.4 Hasil Uji <i>Two Way Anova</i> pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi terhadap kadar logam Pb dalam sawi.....	56
Tabel 4.5 Kadar logam timbal (Pb) dalam sawi dengan spesies Berbeda.....	61

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian	71
Lampiran 2 Skema Kerja	72
Lampiran 3 Perhitungan.....	76
Lampiran 4 Dokumentasi.....	83
Lampiran 5 Hasil Kadar dari AAS.....	86
Lampiran 6 Hasil SPSS.....	88



ABSTRAK

Ramadaningrum, L.F. 2016. **Penentuan Kadar Timbal (Pb) Dalam Sawi (*Brassica sp.*) Menggunakan Metode Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Konsultan: Susi Nurul Khalifah, M.Si

Kata Kunci : Sawi, Timbal, Destruksi, Zat Pengoksidasi, SSA

Sawi yang dijual di pasar terdapat cemaran logam berat yang disebabkan oleh faktor penanaman, pemupukan, dan pengairan. Logam berat seperti Pb sangat berbahaya bagi kesehatan tubuh. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam timbal dalam sampel sawi menggunakan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi secara Spektroskopi Serapan Atom.

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory*, meliputi: pemilihan sampel yang menggunakan sawi hijau dan sawi putih dalam keadaan segar. Preparasi sampel dilakukan dengan variasi metode destruksi basah dan zat pengoksidasi. Metode destruksi basah yang digunakan ialah destruksi basah terbuka dan destruksi basah tertutup dengan variasi zat pengoksidasi HNO_3 , $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1). Data yang didapatkan diuji menggunakan ANNOVA untuk mengetahui signifikansi setiap perlakuan. Pengujian timbal pada sawi dengan spesies berbeda menggunakan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang didasarkan pada perolehan kadar timbal paling tinggi.

Hasil penelitian terhadap penentuan kadar timbal dalam sawi dengan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi didapatkan nilai F hitung $>$ F tabel, artinya terdapat pengaruh signifikan pada tiap perlakuan. Adapun kadar timbal menggunakan destruksi basah terbuka dan tertutup dengan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); HNO_3 , berturut-turut adalah 6,822; 3,945; 3,466; 2,149; 3,652 dan 12,348; 8,546; 8,909; 10,398; 8,432 (mg/Kg). Kadar logam timbal pada sampel sawi dengan spesies berbeda sawi hijau dan sawi putih secara berturut-turut adalah 8,556 mg/Kg, dan 9,771 mg/Kg.

ABSTRACT

Ramadaningrum, L.F. 2016. **Determination of Lead (Pb) in Mustard (*Brassica sp.*) Using Wet Destruction Methode Through Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)**. Thesis. Chemistry Departement, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Supervisor II: Ahmad Hanapi, M.Sc; Consultant: Susi Nurul Khalifah, M.Si.

Keywords: Mustard, Lead, Destruction, Oxidant Solution, AAS

Mustard which is sold in the market has heavy metal is caused by factors planting, fertilization, and watering. Heavy metals such as Pb very harmful for health. This research aims to know determination of lead (Pb) in mustard using variety of wet destruction method and oxidizing solution through Atomic Absorption Spectroscopy (AAS).

This research use experimental Laboratory, including: selecting sample of green mustard and chicory in fresh condition. Sample preparation use variety of wet destruction method and oxidant solution. Wet destruction method that is used is open wet digestion and closed wet digestion with a variety of oxidizing solution HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1). Data obtained were tested use ANNOVA to know significant value in each treatment. Examination of lead in mustard with different species using destruction method and oxidizing solution that is based on acquisition of highest lead levels.

The result to determine lead levels in mustard with the best variety destruction methode and oxidant solution obtained F value $>$ F table, the mean is there significant effect on treatment. As for lead levels using open wet destruction and closed with an oxidant solution $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); HNO_3 , sequentially is 6,822; 3,945; 3,466; 2,149; 3,652 dan 12,348; 8,546; 8,909; 10,398; 8,432 (mg/Kg). Lead content in mustard with different species green mustard and chicory sequentially is 8,556 mg/Kg, dan 9,771 mg/Kg.

ملخص

رمضانجرل.ف. ٢٠١٦. تحديد مستويات من الرصاص (رصاص) في الخردل (كرنبية) تدمير الطريقة استخدام ويت بواسطة الامتصاص الذري الطيف (SSA). أطروحة. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا في جامعة الدولة الإسلامية مولانا مالك إبراهيم مالانج. المشرف الأول: ديانا كاندرا ديوي الما جستيرة. المشرف الثاني: أحمد حنفى الما جستيرة. مستشار: سوسي نور خليفة الما جستيرة.

كلمات البحث : الخردل، الرصاص والدمار و المواد المؤكسد، SSA

الخردل التي تباع في السوق هي من التلوث بالمعادن الثقيلة الناجمة عن العوامل زراعة والتسميد و الري. المعادن الثقيلة مثل الرصاص الضارة جدا للصحة. وتهدف هذه الدراسة إلى تحديد محتوى المعادن الرصاص في عينات من الخردل باستخدام مجموعة متنوعة من وسائل الدمار وكلاء الرطب و مؤكسد الذري الطيفي الاستيعاب. النوع من الدراسات المخبرية التجريبية، وتشمل: اختيار العينات باستخدام الملفوف الأخضر والشيكولاته في حالة جديدة. وقد تم إعداد نموذج من خلال تغيير طريقة الهضم الرطب و عامل مؤكسد. طرق الدمار المستخدمة هي الدمار الجافى و الدمار الرطبى و الدمار المعادي با لأكسد تورات حمض النيتريك، وحمض النيتريك + حمض البيركلوريك (١:١)، وحمض النيتريك + حمض البيركلوريك (٣:١)، وحمض النيتريك + حمض البيركلوريك (٥:١)، وحمض النيتريك + حمض البيركلوريك (٨:١). الحصول على البيانات باستخدام Annova اختبار ل تحديد أهمية كل معاملة. فحص الرصاص في الخردل مع الأنواع المختلفة باستخدام طريقة التدمير و حل أكسدة التي تعتمد على الاستحواذ على أكبر كميات من الرصاص.

دراسة مستويات الرصاص في تحديد الخردل مع مجموعة متنوعة من وسائل الدمار و أفضل العوامل المؤكسدة التي تم الحصول عليها F العدد < الجدول F، فهذا يعني أن هناك تأثير كبير على العلاج. محتوى الرصاص باستخدام الهضم الرطب المفتوحة والمغلقة مع عامل مؤكسد حمض النيتريك + حمض البيركلوريك (١:١)، وحمض النيتريك + حمض البيركلوريك (٣:١)، وحمض النيتريك + حمض البيركلوريك (٥:١)، وحمض النيتريك + حمض البيركلوريك (٨:١) و النيتريك على التوالي 6,822; 3,945; 3,466; 2,149; 12,348; 8,546; 8,909; 10,398; 8,432 و 3,652. ثم ل محتوى المعادن الرصاص في عينات من الخردل مع أنواع مختلفة الخردل الأخضر و والخردل الأبيض على التوالي هو 8,556 ملغ / كغ و 9,771 ملغ / كغ.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Agama Islam sangat memperhatikan hal-hal yang berhubungan dengan makhluknya, tidak terkecuali terhadap makan-makanan yang dikonsumsi manusia. Makanan dan minuman yang dikonsumsi harus selalu baik dan dapat memberikan manfaat bagi kesehatan tubuh mereka. Allah SWT menurunkan Al-Qur'an dimana didalamnya telah memberikan konsep makanan seimbang yaitu "Halalan Thoyyiban" sebagaimana firman Allah SWT dalam surah Al-Maa'idah ayat 88 yaitu:


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

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

Pada ayat tersebut, Allah SWT memerintahkan kita agar memilih makanan halal lagi baik bagi tubuh kita. Halal dan baik mempunyai makna, makanan halal adalah makanan yang diperbolehkan oleh agama dari segi hukumnya. Adapun makanan yang baik dapat dipertimbangkan oleh akal dan ukurannya untuk kesehatan. Artinya makanan yang baik adalah makanan yang tidak membahayakan bagi tubuh manusia dilihat dari segi kesehatan. Hal ini berarti makanan yang dikonsumsi tidak mengandung bahan atau zat-zat kimia yang berbahaya pada tubuh manusia. Jenis makanan tersebut seperti contoh tidak adanya cemaran logam berat timbal (Pb) pada sawi hijau dan sawi putih. Oleh karena itu, Allah menyeru manusia supaya menikmati makanan-makanan yang baik dalam kehidupan mereka dan

menjauhi makanan-makanan yang tidak baik bagi jiwa dan raga yang sudah jelas dilarang dalam Al-Qur'an dan hadist.

Sawi, baik itu sawi hijau (*Brassica rapa var. parachinensis* L.) maupun sawi putih (*Brassica chinensis* L.) adalah jenis sayuran yang banyak diminati masyarakat. Sayuran ini mudah dibudidayakan dan dapat langsung dimakan dalam keadaan segar. Jenis sayuran ini mudah tumbuh didataran rendah atau dataran tinggi (Ariyanti, 2015). Sawi hijau (*Brassica rapa var. parachinensis* L.) memiliki nilai ekonomis tinggi setelah kubis dan brokoli. Selain itu, tanaman ini juga mengandung mineral, vitamin, protein, dan kalori. Oleh karena itu, tanaman ini menjadi komoditas sayuran yang cukup populer di Indonesia (Rukmana, 1994).

Berbagai sayur-sayuran dapat tercemar logam berat seperti Timbal (Pb) melalui penggunaan pupuk, pestisida, serta polusi udara yang dapat menurunkan kandungan vitamin dan unsur mineral yang diperlukan oleh tubuh. Pencemaran tersebut dapat menyebabkan gangguan kesehatan seperti diare, mual, muntah, sakit kepala, bahkan kondisi terparah yaitu kematian (Almatsier, 2004). Meningkatnya penggunaan kendaraan bermotor di kota besar juga merupakan salah satu penyumbang terbanyak logam berat di udara. Tanaman dapat menjadi mediator penyebaran logam berat pada makhluk hidup karena masuknya logam tersebut pada tumbuhan melalui akar dan mulut daun (Stoma) (Erdayanti, 2015).

Menurut Widaningrum dkk, (2007) kandungan timbal (Pb) pada caisim atau sawi hijau yang ditanam pada tanah yang tercemar logam berat bisa mencapai 28,78 ppm. Tanaman mengandung Pb yang cukup tinggi jika ditanam didekat jalan raya. Hal ini disebabkan adanya kontaminasi debu dan asap kendaraan dari bahan bakar yang mengandung Pb, seperti sayuran yang dikonsumsi oleh masyarakat pada saat

sekarang ini kurang terjamin kesehatannya, karena banyaknya sayuran yang ditanam sekitar jalan yang dilalui oleh kendaraan bermotor. Tingginya kandungan Pb pada tanaman sawi karena sawi merupakan tumbuhan hiperakumulator logam berat timbal (Pb) (Prasodo. A.G., 2015). Partikel Pb terakumulasi sehingga kandungan Pb pada tanaman sawi menjadi tinggi (Darmono, 1995).

Logam timbal merupakan logam yang tahan korosi, mempunyai titik lebur sekitar 327,5°C. Keberadaan logam timbal (Pb) didalam tubuh maksimal 10 µg/L. Timbal bersifat toksik jika terhirup atau tertelan oleh manusia (Supriyanto, 2007). Apabila makanan atau minuman yang mengandung logam berat timbal (Pb) dalam jumlah tinggi masuk kedalam tubuh manusia akan mengakibatkan gangguan pada sistem saraf, pertumbuhan fisik terhambat, gangguan reproduksi, peka terhadap penyakit infeksi, kelumpuhan dan kematian dini, serta dapat juga menurunkan tingkat kecerdasan anak (Darmono, 1995).

Banyaknya penelitian yang melakukan analisis logam berat dalam tanaman seperti penelitian yang telah dilakukan oleh Mariti (2005) pada daun teh yang memperoleh hasil kandungan logam Pb lebih tinggi berada pada sampel yang dekat dengan jalan raya, yaitu berjarak lima meter dari jalan raya. Kandungan logam Pb sekitar 2,473 mg/Kg dengan menggunakan metode destruksi kering. Kandungan Pb pada daun teh ini telah ditetapkan Dirjen POM Depkes RI tahun 1989 yaitu 2,0 mg/Kg. Selain itu penelitian juga telah dilakukan oleh Triani (2010), yang memperoleh hasil kandungan logam Pb berkisar 1,64 – 2,82 mg/Kg pada kangkung yang ditanam di Jalan Ida Bagus Matra Denpasar. Hasil ini berada dalam ambang batas maksimum cemaran logam Pb dalam bahan pangan khususnya buah dan sayuran sebesar 0,5 mg/Kg (SNI 7387:2009).

Penelitian yang dilakukan oleh Priandoko (2011) mengenai kandungan logam Pb dan Cd dalam sawi hijau dan wortel di Pasar Kreneng dan Pasar Bandung. Penelitian ini menggunakan metode destruksi basah yang menunjukkan perbedaan hasil analisis yang signifikan. Hasil analisis cemaran logam Pb pada sawi hijau dan wortel yang diambil dari Pasar Bandung lebih tinggi dari pada hasil analisis cemaran logam Pb dalam sawi hijau dan wortel di Pasar Kreneng.

Analisis logam berat dalam sayur-sayuran perlu dilakukan proses destruksi. Menurut Muchtadi (2009) metode destruksi digunakan untuk menghilangkan efek matriks pada sampel, maka dalam pendestruksi hendaknya memilih zat pengoksidasi yang cocok baik untuk logam maupun jenis makanan yang akan dianalisis. Metode pendestruksi yang dilakukan dalam penelitian kali ini ada dua macam, yakni destruksi basah terbuka dan destruksi tertutup yang menggunakan refluks.

Destruksi basah digunakan untuk perombakan sampel organik dengan asam-asam kuat, baik tunggal maupun campuran seperti $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HClO}_4$ dengan pemanasan pada suhu tertentu sampai larutan berwarna jernih (Muchtadi, 2009). Metode destruksi untuk menganalisis logam berat dalam sampel sayuran sawi ini adalah destruksi basah. Dalam penelitian kali ini juga menggunakan refluks. Jenis destruksi ini dilengkapi dengan kondensor serta sistem yang tertutup, sehingga uap yang dihasilkan tidak keluar dari sistem. Selain memilih zat pendestruksi terbaik, pemilihan zat pengoksidasi pada analisis kadar logam berat seperti timbal (Pb) pada sampel sangat penting, hal ini untuk memaksimalkan dalam menganalisis kandungan logam dalam sampel.

Penelitian di Iran oleh Maleki dkk, (2014) melakukan analisis kandungan kadar logam timbal (Pb), kadmium (Cd), krom (Cr), dan tembaga (Cu) pada ketumbar, biji-bijian dan lobak dengan menggunakan destruksi basah terbuka (*hot plate*) pada variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 1:1. Hasil analisa rata-rata kadar logam timbal (Pb) yaitu 0,1 mg/Kg, kadar logam kadmium (Cd) sebesar 0,004 mg/Kg, kadar logam krom (Cr) sebesar 0,94 mg/Kg, dan kadar logam tembaga (Cu) sebesar 1,5 mg/Kg.

Penelitian di India oleh Malik (2014) melakukan analisis kandungan kadar logam timbal (Pb), dan kadmium (Cd) pada akar dan daun wortel dengan menggunakan metode destruksi basah terbuka (*hote plate*) dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 3:1. Hasil analisis yang diperoleh pada logam timbal (Pb) dalam akar wortel 0,183 $\mu\text{g/g}$ dan daun wortel 0,036 $\mu\text{g/g}$. Hasil kadar logam kadmium (Cd) dalam akar wortel 0,022 $\mu\text{g/g}$, dan daun wortel 0,016 $\mu\text{g/g}$. Adapun penelitian Naser (2009) di Bangladesh mengenai kadar logam berat timbal (Pb), kadmium (Cd), dan nikel (Ni) dalam bayam, tomat, dan kembang kol menggunakan metode destruksi basah dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 5:1. Hasil analisis dari ke-3 tanaman tersebut didapatkan rata-rata kadar logam timbal yaitu 1,13 $\mu\text{g/g}$, kadar logam kadmium sebesar 0,86 $\mu\text{g/g}$, dan kadar logam nikel sebesar 3,29 $\mu\text{g/g}$.

Kandungan logam berat tersebut dapat ditentukan dengan metode SSA (Spektroskopi Serapan Atom) yaitu salah satu metode analaisis yang dapat digunakan untuk mengetahui keberadaan dan kadar logam berat dalam berbagai bahan, namun terlebih dahulu dilakukan tahap pendestruksi sampel. Pada metode

destruksi basah dekomposisi sampel dilakukan dengan cara menambahkan pereaksi asam tertentu kedalam suatu bahan yang dianalisis seperti H_2SO_4 , HNO_3 , H_2O_2 , atau campurannya yang akan mempengaruhi hasil analisis (Mulyaningsih, 2010). Cara destruksi contoh bahan makanan padat pada penetapan raksa biasanya dilakukan secara refluks. Kelemahan dari metode destruksi refluks adalah adanya kemungkinan terkontaminasi oleh cemaran yang terdapat dalam pereaksi atau dari alat yang digunakan, selain kehilangan raksa yang mudah menguap (Muljadi, 2003).

Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis kadar cemaran logam timbal (Pb) dalam sampel sawi hijau dan sawi putih yang dijual di pasaran dengan menggunakan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Penggunaan variasi metode destruksi basah (terbuka dan tertutup) dan zat pengoksidasi ini bertujuan untuk mendapatkan hasil analisis logam yang maksimal dan efisien. Oleh karena itu penelitian terhadap kandungan cemaran logam dalam makanan khususnya pada sawi hijau dan sawi putih yang tinggi jumlah konsumennya perlu dilakukan. Karena seiring dengan tingginya kebutuhan akan sayur-sayuran untuk tubuh setiap individu maka perhatian terkait kehalalan serta nilai gizi sayur-sayuran pada makanan harus diperhatikan sehingga kasus keracunan cemaran logam berat khususnya timbal (Pb) dapat diminimalisir.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Berapa kadar logam timbal dalam sampel sawi menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi?
2. Berapa kadar logam timbal (Pb) dalam sampel sawi dengan spesies yang berbeda?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Untuk mengetahui metode destruksi dan zat pengoksidasi untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel sawi menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) dalam sampel sawi dengan spesies yang berbeda.

1.4 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Sampel yang digunakan adalah sawi hijau (*Brassica rapa var. parachinensis* L.) dan sawi putih (*Brassica chinensis* L.) yang dijual di Pasar tradisional daerah Malang.
2. Bagian sawi hijau dan sawi putih yang digunakan yaitu semua bagian kecuali pangkal batang (batang bagian bawah yang dekat dengan akar).
3. Metode yang digunakan adalah metode destruksi terbuka dan destruksi tertutup (refluks).
4. Zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1).

1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat dari penelitian ini diantaranya yaitu sebagai berikut :

1. Memberikan informasi tentang metode destruksi dan zat pengoksidasi untuk menentukan kadar logam Pb pada sawi hijau dan sawi putih menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA).
2. Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai adanya kadar logam timbal (Pb) dalam sawi hijau dan sawi putih serta kesesuaian kadar logam Pb dalam sawi dengan standar SNI.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Klasifikasi Tanaman Sawi

Tanaman sawi (*Brassica sp.*) masih satu famili dengan kubis krop, kubis bunga, brokoli dan lobak atau rades, yakni famili *cruciferae (brassicaceae)* oleh karena itu sifat morfologi tanamannya hampir sama, terutama pada sistem perakaran, struktur batang, bunga, buah (polong) maupun bijinya. Sawi termasuk ke dalam kelompok tanaman sayuran daun yang mengandung zat-zat gizi lengkap yang memenuhi syarat untuk kebutuhan gizi masyarakat (Cahyono, 2003).

2.1.1 Morfologi Tanaman Sawi

Sistem perakaran tanaman sawi memiliki akar tunggang (*radix primaria*) dan cabang-cabang akar yang bentuknya bulat panjang (silindris) menyebar kesemua arah dengan kedalaman antara 30 – 50 cm. Akar-akar ini berfungsi antara lain menghisap air dan zat makanan dari dalam tanah, serta menguatkan berdirinya batang tanaman (Heru, 2003).

Tanaman sawi umumnya mudah berbunga dan berbiji secara alami baik di dataran tinggi maupun di dataran rendah. Struktur bunga sawi tersusun dalam tangkai bunga (*inflorescentia*) yang tumbuh memanjang (tinggi) dan bercabang banyak. Tiap kuntum bunga sawi terdiri atas empat helai daun kelopak, empat helai daun mahkota bunga berwarna kuning cerah, empat helai benang sari dan satu buah putik yang berongga dua (Rukmana, 2002).

2.1.2 Varietas Tanaman Sawi

2.1.2.1 Sawi Hijau (*Brassica rapa* var. *parachinensis* L.)

Sawi hijau termasuk herba semusim yang mudah tumbuh. Perkecambahannya epigeal. Setelah daun ketiga dan seterusnya akan membentuk setengah roset dengan batang yang cukup tebal, namun tidak berkayu. Daun bagian ujung biasanya tumpul. Warnanya hijau segar, biasanya tidak berbulu. Menjelang berbunga sifat rosetnya agak menghilang, menampakkan batangnya. Bunga kecil, tersusun majemuk berkarang. Mahkota bunganya berwarna kuning, berjumlah 4. Benang sarinya 6, mengelilingi satu putik. Buahnya menyerupai polong tetapi memiliki dua daun buah dan disebut siliqua (Haryanto, 1994).

Menurut klasifikasi dalam tatanama tumbuhan, sawi hijau termasuk ke dalam (Plantamor, 2011) :

Kingdom	: Plantae
Subkingdom	: Tracheobionta
Super Divisi	: Spermatophyta
Divisi	: Magnoliophyta
Kelas	: Magnoliopsida
Subkelas	: Dilleniidae
Ordo	: Capparales
Famili	: Brassicaceae
Genus	: Brassica
Spesies	: <i>Brassica rapa</i> var. <i>parachinensis</i> L.



Gambar 2.1 Sawi hijau (*Brassica rapa* var. *parachinensis* L.)

Sawi hijau (*Brassica rapa var. parachinensis* L.; suku sawi-sawian atau *Brassicaceae*) merupakan jenis sayuran yang cukup populer. Dikenal pula sebagai caisim, atau sawi bakso. Sayuran ini mudah dibudidayakan dan dapat dimakan segar (biasanya dilayukan dengan air panas) atau diolah menjadi asinan (kurang umum). Jenis sayuran ini mudah tumbuh di dataran rendah maupun dataran tinggi. Sawi hijau sering dimanfaatkan sebagai tumbuhan percobaan untuk pemupukan, kesuburan tanaman, gangguan karena kurang hara, serta bioremediasi (Plantamor, 2011).

2.1.2.2 Sawi Putih (*Brassica chinensis* L.)

Tanaman sawi putih termasuk tanaman sayuran yang memiliki ciri daun dan bunga yang terbentuk vas kembang. *Cruciferae* berbunga sempurna dengan enam benang sari yang terdapat dalam dua lingkaran. Empat benang sari dalam lingkaran dalam, sisanya dalam lingkaran luar (Sunarjono, 2007).

Menurut klasifikasi dalam tatanama tumbuhan, petsai termasuk ke dalam (Plantamor, 2011) :

Kingdom	: Plantae
Subkingdom	: Tracheobionta
Super Divisi	: Spermatophyta
Divisi	: Magnoliophyta
Kelas	: Magnoliopsida
Subkelas	: Dilleniidae
Ordo	: Capparales
Famili	: Brassicaceae
Genus	: Brassica
Spesies	: <i>Brassica chinensis</i> L.



Gambar 2.2 Sawi putih (*Brassica chinensis* L.)

Petsai berbatang pendek hingga hampir tidak terlihat. Daunnya bulat panjang, kasar, berkerut, rapuh serta berbulu halus dan tajam. Urat (tulang) daun utamanya lebar dan berwarna putih. Rasa daun petsai masak lunak, sedangkan yang mentah agak pedas. Pola pertumbuhan daun mirip tanaman kubis. Daun yang muncul terlebih dahulu menutup daun yang tumbuh kemudian hingga membentuk krop bulat panjang yang berwarna putih. Susunan dan warna bunganya pun seperti kubis. Biji petsai berwarna hitam kecoklatan dengan ukuran lebih kecil dari biji kubis (Sunarjono, 2007).

Tanaman petsai merupakan tanaman semusim. Hampir semua orang senang makan petsai, terutama orang-orang di Negara Cina. Tanaman ini berasal dari Tiongkok, tetapi telah banyak diusahakan di Indonesia. Tanaman ini merupakan tanaman sayuran yang penting setelah kubis karena rasanya enak dan sumber vitamin A, vitamin B dan vitamin C (Sunarjono, 2007).

2.1.3 Manfaat Tanaman Sawi

Menurut Fahrudin (2009) manfaat sawi sangat baik untuk menghilangkan rasa gatal di tenggorokan pada penderita batuk. Penyembuh penyakit kepala, bahan pembersih darah, memperbaiki fungsi ginjal, serta memperbaiki dan memperlancar pencernaan, bijinya dimanfaatkan sebagai minyak serta pelezat makanan.

Sedangkan kandungan yang terdapat pada sawi adalah kalori, protein, lemak, karbohidrat, serat, Ca, P, Fe, vitamin A, vitamin B, dan vitamin C.

Tabel 2.1 Kandungan gizi setiap 100 gram sawi

No.	Komposisi	Jumlah
1	Kalori	22,0 k
2	Protein	2,30 g
3	Lemak	0,30 g
4	Karbohidrat	4,00 g
5	Serat	1,20 g
6	Kalsium (Ca)	220,50 mg
7	Fosfor (P)	38,40 mg
8	Besi (Fe)	2,90 mg
9	Vitamin A	969,00 SI
10	Vitamin B1	0,09 mg
11	Vitamin B2	0,10 mg
12	Vitamin B3	0,70 mg
13	Vitamin C	102,00 mg

Sumber: direktorat Gizi, Departemen Kesehatan RI, 1979.

Kadar vitamin A pada sawi sangat tinggi. Vitamin A berperan menjaga kornea mata agar selalu sehat. Mata yang normal biasanya mengeluarkan mukus, yaitu cairan lemak kental yang dikeluarkan sel epitel mukosa, sehingga membantu mencegah terjadinya infeksi. Kandungan vitamin E pada sawi dapat berfungsi sebagai antioksidan utama di dalam sel. Sawi termasuk dalam kategori sangat baik sebagai sumber vitamin E. Kebutuhan rata-rata vitamin E mencapai 10 – 12 mg/hari. Kandungan vitamin E pada sawi juga berperan baik untuk mencegah penuaan.

2.2 Logam

2.2.1 Logam Timbal (Pb)

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

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

Menurut Palar (2004) logam timbal (Pb) mempunyai sifat-sifat yang khusus seperti berikut :

1. Merupakan logam yang lunak, sehingga dapat dipotong dengan menggunakan pisau atau dengan tangan dan dapat dibentuk dengan mudah.
2. Merupakan logam yang tahan terhadap peristiwa korosi atau karat, sehingga logam timbal sering digunakan sebagai bahan coating.
3. Mempunyai titik lebur rendah hanya 327,5°C.

4. Mempunyai kerapatan yang lebih besar dibandingkan dengan logam-logam, kecuali emas dan merkuri.
5. Merupakan pengantar listrik yang baik.

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



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

2.2.2 Analisis Timbal (Pb) Pada Berbagai Jenis Makanan

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

Sumber kontaminasi logam berat ada dua, yaitu lewat pencemaran udara dan dari bahan makanan. Pencemaran lewat udara terutama berasal dari asap buangan kendaraan bermotor. Data yang dikeluarkan Badan Pengawas Dampak Lingkungan

(Bapedal) DKI tahun 1998, kadar timbal di udara Jakarta rata-rata telah mencapai $0,5 \text{ mg/cm}^3$ udara. Untuk kawasan tertentu, seperti terminal bus dan daerah padat lalu lintas kadar timbal bisa mencapai $2 - 8 \text{ mg/cm}^3$ udara (Astawan, 2005).

Berdasarkan penelitian Triani (2011), rerata kadar Pb pada kangkung yang diperoleh di Desa Kesiman, Kecamatan Denpasar Timur yaitu $0,0002 - 0,0266$ ppm. Hasil ini masih berada dibawah batas maksimum cemaran logam berat Pb dalam bahan pangan khususnya buah dan sayur. Sedangkan rerata kadar Cd pada kangkung yang diperoleh di Desa Kesiman yaitu $0,0002 - 0,0874$ ppm. Hasil ini masih berada dibawah batas maksimum cemaran logam berat Cd dalam bahan pangan khususnya buah dan sayur. Adapun penelitian Erdayanti (2015) dimana preparasi yang dilakukan menggunakan destruksi basah terbuka (*hot plate*) pada sampel bayam dan kangkung dengan ditambahkan $2 \text{ mL H}_2\text{O}_2$ sedikit demi sedikit sampai gasnya hilang dan larut menjadi bening. Hasil penelitian ini menunjukkan kadar logam Pb tidak melebihi ambang batas maksimum yakni sebesar $0,4234 \text{ mg/Kg}$ dan kangkung sebesar $0,1682 \text{ mg/Kg}$.

Logam berat dapat terakumulasi dalam jumlah yang cukup besar pada sayuran seperti contoh penelitian kadar logam timbal pada sawi hijau oleh Prasodo (2015) dengan kode (KO) sebesar $1,480 \text{ ppm}$, (AKI) $1,201 \text{ ppm}$, (AKII) $1,041 \text{ ppm}$, (BKI) $0,806 \text{ ppm}$, dan (BKII) $0,053 \text{ ppm}$. Hasil penelitian tentang pengujian kandungan logam berat timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada sawi hijau dan wortel yang beredar di Pasar kota Denpasar, dimana preparasi sampel dilakukan dengan cara dicuci dan tidak dicuci. Hasil rata-rata kandungan Pb pada sawi hijau dan wortel dengan perlakuan dicuci dan tidak dicuci berturut-turut sebesar $64,71 \pm 6,66 \text{ } \mu\text{g/g}$; $65,58 \pm 4,61 \text{ } \mu\text{g/g}$; $62,56 \pm 6,99 \text{ } \mu\text{g/g}$; dan $64,96 \pm 7,20 \mu\text{g/g}$. Hasil rata-rata

kandungan Cd pada sawi hijau dan wortel dengan perlakuan dicuci dan tidak dicuci berturut-turut sebesar $8,81 \pm 1,68 \mu\text{g/g}$; $10,55 \pm 1,78 \mu\text{g/g}$; $8,09 \pm 1,71 \mu\text{g/g}$; dan $9,30 \pm 2,01 \mu\text{g/g}$ (Priandoko, 2011).

Selain pada sayuran, logam berat dapat terakumulasi dalam jumlah yang cukup besar pada makanan seperti ikan, susu kental manis, krupuk gaplek, dan lain-lain. Kadar logam Pb dan Zn pada sampel susu kental manis kode KA berturut-turut sebesar $2,1326 \text{ mg/Kg}$; $0,1743 \text{ mg/Kg}$. Sampel KB sebesar $2,31717 \text{ mg/Kg}$; $2,156 \text{ mg/Kg}$. Sampel KC sebesar $2,8125 \text{ mg/Kg}$; $0,1743 \text{ mg/Kg}$. Sampel SD sebesar $2,3045 \text{ mg/Kg}$; $0,3989 \text{ mg/Kg}$. Sampel SE adalah $2,6481 \text{ mg/Kg}$; $0,1743 \text{ mg/Kg}$. Dan sampel SF sebesar $3,5072 \text{ mg/Kg}$; $0,1743 \text{ mg/Kg}$. Sedangkan konsentrasi Zn untuk semua sampel tidak terdeteksi (Aziz, 2007).

2.2.3 Toksisitas Timbal dalam Tubuh

Toksisitas yang ditimbulkan oleh persenyawaan logam Pb dapat terjadi karena masuknya persenyawaan logam tersebut ke dalam tubuh. Proses masuknya logam ini ke dalam tubuh dapat melalui beberapa jalur yaitu melalui makanan dan minuman, udara dan perembesan atau penetrasi pada selaput atau lapisan kulit (Palar, 1994).

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

Timbal masuk melalui makanan, masuk ke saluran cerna dan dapat masuk ke dalam darah. Pada anak-anak, tingkat penyerapan timbal mencapai 53%. Hal ini jauh berbeda pada tingkat penyerapan orang dewasa yaitu sekitar 10%. Peningkatan

asam lambung dapat meningkatkan absorpsi usus sehingga absorpsi timbal juga meningkat (Riyadina, 1997).

Logam timbal yang masuk ke dalam tubuh sebagian besar disalurkan melalui makanan, sehingga membahayakan kesehatan manusia. Logam yang mengkontaminasi makanan berasal dari berbagai sumber antara lain udara seperti asap kendaraan bermotor, kemasan, dan lain-lain. Selain itu, dapat berasal dari peralatan dapur, khususnya yang digunakan untuk memasak dan menyajikan makanan. Timbal yang terdapat pada lapisan gelas yang terbuat dari keramik Cina, porselen, atau tanah liat dapat larut oleh makanan yang bersifat asam. Air minum yang disalurkan lewat pipa, timbal akan tinggi kandungan timbalnya yang terlarut dalam air tersebut. Makanan tersebut berbahaya dikonsumsi jika mengandung timbal yang berlebih. Batasan yang ditetapkan oleh peraturan Kepala BPOM RI 2009 Nomor HK.00.06.1.52.4022 menetapkan bahwa ambang batas maksimum pencemaran dari logam timbal adalah 1,5 mg/Kg (Tyas, 1998).

Menurut WHO (1977) dalam Niria (1999), untuk mengantisipasi akumulasi timbal (Pb) dalam tubuh, seperti yang telah ditetapkan Provisional Tolerable Weekly Intake (PTWI), yakni 50 µg/Kg BB untuk anak-anak dan 200 – 300 µg per hari untuk orang dewasa. Kadar maksimum timbal (Pb) yang masih dianggap aman dalam darah anak-anak sesuai dengan yang diperkenankan WHO dalam DepKes (2001) adalah 10 µg/dL darah, sedangkan untuk orang dewasa adalah 10 – 25 µg/dL darah.

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

No.	Kategori	Pb / 100 mL Darah	Deskripsi
1.	A (normal)	< 40 µg	Tidak terkena paparan atau tingkat paparan normal
2.	B (dapat ditoleransi)	40 – 80 µg	Pertambahan penyerapan dari keadaan terpapar tetapi masih bisa ditoleransi
3.	C (Berlebih)	80 – 120 µg	Kenaikan penyerapan dari keterpaparan yang banyak dan mulai memperlihatkan tanda-tanda keracunan
4.	D (tingkat bahaya)	>20 µg	Penyerapan mencapai tingkat bahaya dengan tanda-tanda keracunan ringan sampai berat

Sumber: DepKes (2001)

2.3 Metode Destruksi

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. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal dalam ilmu kimia yaitu destruksi basah (oksida basah) dan destruksi kering (oksida kering). Kedua destruksi ini memiliki teknik pengerjaan dan lama pemanasan atau pendestruksian yang berbeda.

Menurut Raimon (1993) ada beberapa faktor yang harus diperhatikan dalam hal menggunakan metode destruksi terhadap sampel, apakah dengan destruksi basah ataukah kering, antara lain:

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

Selain hal-hal diatas, untuk memilih prosedur yang tepat perlu diperhatikan beberapa faktor antara lain: waktu yang diperlukan untuk analisis, biaya yang diperlukan, ketersediaan bahan kimia, dan sensitivitas metode yang digunakan.

2.3.1 Destruksi Basah Terbuka

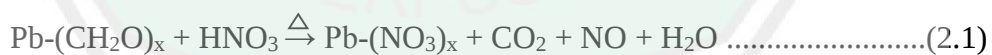
Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan pelarut zat oksidator. Kesemua pelarut tersebut dapat digunakan baik tunggal maupun campuran. Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan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

Destruksi basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud mengurangi kehilangan mineral akibat penguapan. Pada tahap selanjutnya, proses seringkali berlangsung sangat cepat akibat pengaruh asam perklorat atau hidrat peroksida. Destruksi basah pada umumnya digunakan untuk menganalisa arsen, tembaga, timah hitam, timah putih, dan seng. Ada tiga macam cara pengabuan destruksi basah, yaitu (Muchtadi, 2009):

1. Destruksi basah menggunakan HNO_3 dan HClO_4
2. Destruksi basah menggunakan HNO_3 , H_2SO_4 , dan HClO_4
3. Destruksi basah menggunakan HNO_3 , H_2SO_4 , dan H_2O_2

Penelitian Indrajati Kohar, dkk (2005) mengenai studi kandungan logam Pb dalam batang dan daun kangkung dengan metode destruksi basah menggunakan pengoksidasi HClO_4 dan HNO_3 . Metode destruksi basah dalam penelitian ini dilakukan dengan menimbang 1 gram sampel serbuk halus dari akar dan seluruh bagian tanaman tanpa akar dalam krus porselen. Kemudian ditambahkan 10 mL HNO_3 pekat dan 3 mL larutan HClO_4 60%, lalu dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu $100 - 120^\circ\text{C}$ sampai buih habis, dan HNO_3 hampir mengering dan didinginkan. Hasil destruksi ditambah 5,0 mL larutan Pb 200 mg/L (standar adisi) dan larutan HNO_3 2% dan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur. Ditambahkan larutan HNO_3 2% sampai volumenya menjadi 100,0 mL. Dikocok hingga homogen dan disaring. Kadar Pb diamati dengan ICP-MS pada panjang gelombang 283,3nm.

Keuntungan destruksi basah adalah suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur (Muchtadi, 2009). Adapun reaksi antara logam timbal (Pb) dengan beberapa zat pengoksidasi, seperti reaksi logam timbal (Pb) dengan HNO_3 berikut ini (Wulandari dan Sukei, 2013):



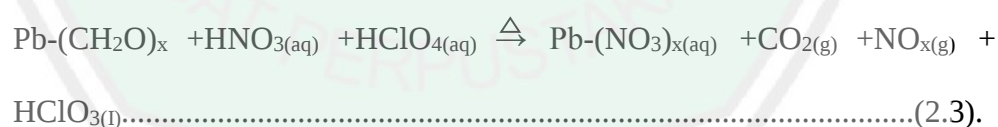
Fungsi HNO_3 dalam reaksi tersebut sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO_3 , sehingga logam timbal (Pb) dapat teroksidasi oleh HNO_3

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

pengabuan pada suhu rendah. Hal ini merupakan salah satu faktor mengapa cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama. Sifat dan karakteristik asam pendestruksi yang sering digunakan antara lain :

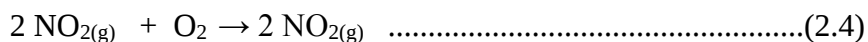
- 1) Campuran asam sulfat pekat dan asam nitrat pekat banyak digunakan untuk mempercepat proses destruksi. Kedua asam ini merupakan oksidator yang kuat. Dengan penambahan oksidator ini akan menurunkan suhu destruksi sampel yaitu pada suhu 350°C, dengan demikian komponen yang dapat menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik.
- 2) Asam perklorat pekat dapat digunakan untuk bahan yang sulit mengalami oksida, karena perklorat pekat merupakan oksidator yang sangat kuat. Kelemahan dari perklorat pekat adalah sifat mudah meledak (*explosive*) sehingga cukup berbahaya dalam penggunaa harus sangat hati-hati.

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



Selama proses destruksi terdapat gelembung-gelembung kecil berisi gas berwarna kecoklatan, gas ini adalah NO₂ (hasil samping destruksi menggunakan asam nitrat). Proses ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan Danko, dkk., (2000), bahwa penggunaan HNO₃ sebagai agen pengoksidasi dapat menimbulkan gas berwarna kecoklatan selama pemanasan berlangsung. Adanya gas ini mengindikasikan bahwa bahan organik telah dioksidasi secara sempurna oleh asam

nitrat. Gas NO_2 yang dihasilkan dalam proses destruksi saat bereaksi dengan oksigen di udara akan membentuk gas NO_2 seperti reaksi dibawah ini:



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

Sedangkan penelitian Naser (2009) di Bangladesh mengenai kadar logam berat timbal (Pb), kadmium (Cd), dan nikel (Ni) dalam bayam, tomat, dan kembang kol menggunakan metode destruksi basah dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4) dengan perbandingan 5:1. Metode destruksi basah pada penelitian ini dilakukan dengan menimbang 1 gram sampel, kemudian ditambah 10 mL campuran zat pengoksidasi (HNO_3 dan HClO_4). Lalu dipanaskan dengan suhu 190°C selama 1,5 jam. Kemudian didinginkan, lalu hasil destruksi dibuat larutan kembali dengan aquades hingga larutan mencapai 30 mL. Setelah itu diamati kadar logam timbal (Pb), kadmium (Cd), dan nikel (Ni) dengan AAS VARIAN model AA 240.

Analisa kadar logam timbal (Pb) dilakukan menggunakan destruksi basah karena logam timbal (Pb) mudah menguap hanya memiliki titik leleh $327,46^\circ\text{C}$,

apabila menggunakan destruksi kering dengan jalan pengabuan dalam tanur pada suhu 600 – 850°C. Maka logam timbal (Pb) tersebut tidak larut dalam asam pengoksidasinya, akan tetapi menguap ikut zat-zat organik, maka digunakan destruksi basah yang menggunakan suhu rendah dibawah titik leleh logam yang akan dianalisis.

2.3.2 Destruksi Basah Tertutup

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

Destruksi sampel menggunakan alat refluks dilakukan dengan cara menambahkan 20 mL asam nitrat p.a ke dalam 5 gram sampel dan dipanaskan selama 3 jam. Ditambah 5 mL asam peroksida dan dipanaskan kembali selama 1 jam. Hasil percobaan menunjukkan bahwa % *recovery* sebesar 70%. Namun metode ini masih bisa digunakan dalam penentuan kadar merkuri (Hg) dalam ikan maupun kerang (Bortolli dkk, 1995).

2.4 Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Spektroskopi Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metaloid yang

pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog dkk, 2000).

2.4.1 Prinsip Dasar Analisa SSA

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

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

Hukum absorpsi sinar (Lambert-Beer) yang berlaku pada spektroskopi absorpsi sinar ultra violet, sinar tampak maupun sinar merah, dan juga berlaku pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Hukum Lambert: bila suatu sumber sinar

monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorpsi. Hukum Beer: intensitas sinar yang diteruskan berkurang secara eksponensial dengan bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar tersebut (Khopkar, 2010).

Dari kedua hukum tersebut diperoleh suatu persamaan:

$$A = -\log \frac{I_o}{I_t} = \epsilon bc \dots \dots \dots (2.9)$$

Dimana:

I_o = intensitas sumber sinar
 I_t = intensitas sinar yang diteruskan
 ϵ = absorbtivitas molar
 b = panjang medium atau tebal nyala (nm)
 c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar (ppm)
 A = absorbansi

$$A = -\log \frac{I_o}{I_t} = -\log T \dots \dots \dots (2.10)$$

Dengan T = transmittan

Dari persamaan diatas, dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day & Underwood, 1989).

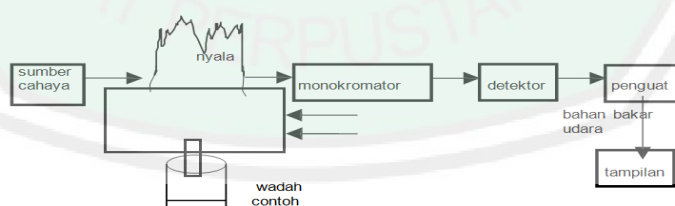
2.4.2 Mekanisme Kerja Spektroskopi Serapan Atom

Lampu katoda berongga terdiri dari katoda dan anoda yang ditempatkan pada ruangan yang berisikan gas inert (neon atau argon), katoda ini dilapisi dengan logam yang akan dianalisis. Diantara katoda dan anoda diberikan tegangan tinggi yang menyebabkan katoda memancarkan berkas elektron menuju anoda dengan kecepatan dan energi yang tinggi. Dalam perjalanan menuju anoda elektron bertabrakan dengan atom-atom gas mulia, akibatnya atom gas mulia kehilangan elektron dan berubah menjadi ion-ion positif yang bergerak ke katoda dengan kecepatan dan energi tinggi, sehingga atom unsur ini mengalami eksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Karena tidak stabil maka ia kembali ke tingkat energi dasar

dengan memancarkan sinar monokromatik yang khas tergantung jenis logam (Sastrohamidjodjo, 1991).

Larutan untuk sampel ditarik dengan pipa kapiler masuk ke ruang pengabut. Dalam ruang ini sampel dikabutkan membentuk suspensi partikel halus yang dibawa aliran gas masuk ke dalam nyala yang timbul dari campuran gas bahan bakar dengan gas pembakar. Dalam nyala ini terjadi proses penguapan pelarut sehingga yang tertinggal hanya zat terlarut (berupa garam). Partikel ini lalu menguap dan akan terdisosiasi membentuk uap atom netral (Faiqotuzzaqiah, 2014).

Kabut halus atom netral dari unsur yang akan dianalisis diradiasi dengan sumber radiasi yang memancarkan spektrum garis yang dihasilkan oleh lampu katoda. Sebagian dari intensitas radiasi tersebut diserap oleh atom-atom unsur yang elektronnya berada dalam keadaan dasar sehingga tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Radiasi yang tidak diserap atau diteruskan akan diukur dengan detektor melalui monokromator. Detektor mengubah energi sinar menjadi energi listrik. Energi listrik yang dihasilkan relatif kecil maka diperkuat dengan amplifier kemudian diteruskan ke prosesor dan alat pencatat (Slavina, 1986).



Gambar 2.3 Skema umum Komponen Spektroskopi Serapan Atom (Sumber: Anshori, 2005)

2.4.3 Kadar Logam Timbal (Pb) dengan Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Analisis kadar logam berat seperti Pb, Cu, dan Cd dapat dilakukan dengan metode *Atomic Absorbtion Spectrophotometer* (AAS). Pemilihan metode

spektroskopi serapan atom karena mempunyai sensitifitas tinggi, mudah, murah, sederhana, cepat, dan cuplikan yang dibutuhkan sedikit (Suprianto dkk, 2007). Analisis menggunakan AAS juga lebih sensitif, spesifik untuk unsur yang ditentukan, dan dapat digunakan untuk penentuan kadar unsur yang konsentrasinya sangat kecil tanpa harus dipisahkan terlebih dahulu.

Kondisi optimum analisis logam timbal (Pb) dengan metode nyala spektroskopi serapan atom (SSA) dilakukan agar diperoleh populasi atom pada tingkat dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas untuk atom-atom tersebut dan kemudian berubah ke keadaan eksitasi. Semakin atom pada keadaan dasar, maka radiasi-radiasi yang diserap akan makin banyak, pada kondisi optimum akan diperoleh serapan maksimal. Kondisi optimum parameter pada saat spektroskopi serapan atom (SSA) yang perlu mendapatkan perhatian adalah panjang gelombang, laju alir pembakar, laju alir oksidan, kuat arus lampu katoda cekung (*Hollow Cathode Lamp*), lebar celah dan tinggi pembakar burner. Pada kondisi optimum perubahan serapan akibat perubahan konsentrasi akan lebih sensitif kondisi optimum peralatan spektroskopi serapan atom (SSA) (Rohman, 2007).

Tabel 2.3 Kondisi optimum peralatan SSA logam timbal (Pb)

No.	Parameter	Satuan	Timbal (Pb)
1.	Panjang gelombang	Nanometer	283,2
2.	Laju alir Asetilen	L/menit	2,0
3.	Laju alir udara	L/menit	10,0
4.	Kuat arus HCL	μA	10,0
5.	Lebar celah	Nanometer	0,7
6.	Tinggi burner	Nanometer	2,0

Sumber : Rohman (2007)

2.4.4 Kelebihan dan Kekurangan Spektroskopi Serapan Atom

Spektroskopi serapan atom merupakan metode untuk menentukan kadar logam dalam cuplikan. Dimana kadar logam yang ditentukan sangat kompleks dengan konsentrasi yang sangat kecil, pengerjaannya cepat dengan sensitifitas tinggi, selektif, dan sangat spesifik untuk unsur yang akan ditentukan. Hal ini dikarenakan gangguannya sangat sedikit bila dibandingkan dengan cara spektroskopi biasa (Day & Underwood, 1996).

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

2.4.5 Teknik Analisis Kuantitatif dengan SSA

Teknik analisis kuantitatif dengan SSA, sampel harus dalam bentuk larutan. Untuk menyiapkan larutan, sampel harus diperlakukan sedemikian rupa dengan perlakuan tergantung dari macam dan jenis sampel. Syarat pembuatan larutan sampel, yaitu: (1) langsung dilarutkan dengan pelarut yang sesuai; (2) sampel dilarutkan dalam suatu asam; (3) sampel dilarutkan dalam suatu basa atau dilebur dahulu dengan basa kemudian hasil leburan dilarutkan dalam pelarut yang sesuai. Metode pelarut apapun yang akan dipilih untuk dilakukan analisis SSA, larutan yang dihasilkan yakni harus jernih, stabil, dan tidak mengganggu zat-zat yang menimbulkan gangguan (Rohman, 2007).

2.5 Uji Two Way Anova

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

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

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

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

Faktor-faktor yang mempengaruhi ketidakpastian dan ketidak telitian dalam pengukuran adalah:

1. Penimbangan yang tidak benar, demikian juga pemindahan analit dan bakunya tidak sesuai.

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

2.6 Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam

Manusia sebagai salah satu makhluk hidup ciptaan Allah SWT selalu membutuhkan bahan pangan untuk kelangsungan hidupnya. Makanan yang halal dan baik merupakan makanan yang diperbolehkan untuk dimakan menurut ketentuan syari'at Islam. Halal dari segi dhahiriyyah dan sumber untuk mendapatkan makanan tersebut apakah melalui cara-cara yang halal. Memakan-makanan yang halal dan baik merupakan bukti ketaqwaan kita kepada Allah SWT, karena memakan makanan yang halal dan baik merupakan salah satu bentuk ibadah.

Allah memperbolehkan seluruh manusia memakan makanan yang telah diberikan Allah di bumi ini. Karena dunia diciptakan untuk seluruh manusia. Allah menyeru manusia supaya menikmati makanan-makanan yang baik dalam kehidupan mereka dan menjauhi makanan-makanan yang tidak baik. Karunia Allah bagi setiap manusia adalah sama, baik beriman atau tidak beriman. Hal ini terdapat dalam firman Allah surat Al-Baqarah ayat 168:

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

Kualitas makanan yang dikonsumsi sehari-hari dapat berpengaruh terhadap kualitas hidup dan perilaku makhluk hidup itu sendiri. Al-Quran sebagai panduan umum kehidupan manusia telah disesuaikan dengan perubahan zaman dan tempat agar dapat selalu diterapkan sepanjang masa dan diberbagai kondisi. Sedangkan As-Sunnah berperan sebagai pengurai terhadap panduan umum tersebut, agar dapat diimplementasikan dengan jelas dalam segala segi kehidupan manusia (Anuar, 2012). Oleh karena itu, setiap makhluk hidup harus berusaha untuk mendapatkan makanan yang halal dan baik. Dasar makanan yang ideal dan menyehatkan telah disebutkan dalam al-Qur'an secara jelas yaitu pada potongan surat al A'raf ayat 157:

وَسُجِّلْ لَهُمُ الطَّيِّبَاتِ وَتُحَرِّمُ عَلَيْهِمُ الْخَبِيثَاتِ

Artinya: *“Dihalalkan bagi mereka segala hal yang baik dan diharamkan atas mereka segala hal yang buruk.”*(QS. al A'raaf: 157).

Berdasarkan tafsir Jalalayn terkait surat al A'raf ayat 157 tersebut bahwa Allah SWT menyuruh umat manusia mengerjakan yang makruf dan melarang mereka dari mengerjakan yang mungkar dan menghalalkan bagi mereka segala yang baik dari apa yang diharamkan oleh umat terdahulu dan mengharamkan bagi mereka segala yang buruk yaitu bangkai dan lain-lainnya, serta membuang segala hal yang memberatkan mereka seperti bertobat dengan jalan membunuh diri dan memotong apa yang terkena oleh najis.

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

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

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

Shihab (2002) memberikan tafsir bahwa Allah SWT menumbuhkan dari bermacam-macam tumbuhan yang baik itu subur dan bermanfaat, seperti halnya dengan sawi yang banyak manfaatnya. Menurut Yaakob dalam Salma (2010), ciri-ciri makanan yang melalui proses halal yaitu bahan-bahan mentah yang digunakan adalah halal, komponen ramuan dan aditif (bahan tambahan) adalah halal, dan proses penghasilannya berdasarkan garis panduan Islam. Dewasa ini, pengaruh aspek perkembangan teknologi dan pembangunan menyebabkan banyak keraguan timbul mengenai proses dan bahan yang layak dikonsumsi.

Sawi merupakan salah satu tumbuhan yang memiliki banyak manfaat bagi kesehatan manusia. Sawi hijau mengandung banyak antioksidan dan memiliki banyak vitamin. Menurut pakar, sawi seperti juga hijau lainnya berfungsi sebagai pencegah kanker. Bagi perempuan sawi punya banyak manfaat di masa menopause, karena bisa melindungi perempuan dari penyakit jantung dan kanker payudara. Kandungan nutrisi seperti kalsium, asam folat, dan magnesium juga dapat mendukung kesehatan tulang.

Proses pengolahan tumbuhan sawi terkadang terkontaminasi dari berbagai zat atau senyawa yang ikut masuk di dalam proses penanamannya, baik dari tanah, pupuk, pestisida maupun udara, sehingga dapat menyebabkan terjadinya cemaran dalam makanan itu sendiri seperti bakteri, logam berat ataupun zat lainnya yang dapat membahayakan tubuh. Makanan seperti ini menurut Islam tidak dapat digolongkan menjadi makanan yang baik.

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

يٰۤاٰدَمُ خُذْ زِيْنَتَكَرَّ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَشَرِبُوْا وَلَا تُسْرِفُوْا ۚ اِنَّهٗ لَا يُحِبُّ الْمُسْرِفِيْنَ

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

Menurut tafsir Ibn katsir ayat di atas menganjurkan manusia agar tidak boleh makan atau minum secara berlebihan, dengan maksud tidak melampaui batas yang dibutuhkan oleh tubuh dan sesuai dengan perintah Allah SWT. Firman Allah dalam Al-Qur'an mengajarkan pada seluruh umat manusia untuk tidak makan dan minum sekedar kenyang saja, akan tetapi manusia harus memperhatikan makanan dan minuman yang mereka konsumsi dalam jumlah secukupnya, tidak kurang dan juga tidak berlebihan. Selain itu makanan dan minuman yang halal juga harus thayyib atau baik bagi kesehatan.

BAB III

METODOLOGI

3.1 Pelaksanaan Penelitian

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

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain neraca analitik, pipet tetes, labu ukur 10 mL, labu ukur 20 mL, labu ukur 1000 mL, botol aquades, beaker glass 100 mL, corong gelas, mortal dan alu, pengaduk, gelas arloji, sendok takar, gelas ukur 10 mL, pipet ukur 25 mL, bola hisap, wadah botol gelas dan tutup plastik, toples kaca, *hot plate*, lemari asam, seperangkat alat refluks, dan seperangkat instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel sawi hijau dan sawi putih di Pasar tradisional sekitar kota Malang, asam nitrat (HNO_3) 65% p.a, asam perklorat (HClO_4) 65% p.a, asam nitrat 0,5 M, larutan standar ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) merek E-Merck, kertas saring Whatman 42, aquades dan aquabides.

3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah *Experimental Laboratory* untuk mengetahui perbandingan metode destruksi basah terbuka maupun tertutup dan pengaruh variasi komposisi larutan pendestruksi pada sampel dalam analisis timbal (Pb) secara Spektroskopi Serapan Atom dengan metode destruksi basah untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam sawi hijau dan sawi putih. Adapun proses penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut: pembuatan larutan stock timbal dengan dilarutkan dengan 1 mL asam nitrat pekat dan diencerkan dengan Aquabides. Selanjutnya dibuat kurva standar dengan larutan induk 10 ppm dipipet 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL. Diencerkan dengan aquademineral dan kemudian diuji dengan SSA pada panjang gelombang 217 nm.

Langkah selanjutnya preparasi sampel campuran dengan mengambil dan menimbang setiap sampel merek A dan B. Dicampur kedua sampel tersebut, kemudian ditimbang 5 gram dan hasil *fresh sample* digunakan untuk analisis penentuan kadar logam menggunakan metode destruksi basah dengan variasi komposisi zat pendestruksi. Cara kerja metode basah terbuka yaitu menimbang 1 gram sampel campuran yang kemudian ditambah 15 mL HNO_3 atau variasi zat pendestruksi dan dipanaskan. Diamati apakah sudah jernih ataukah belum. Disaring dan diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M dan ditentukan konsentrasi Pb dengan menggunakan SSA. Untuk cara kerja metode destruksi basah tertutup hampir sama dengan cara kerja metode destruksi basah terbuka, tetapi alat yang digunakan untuk proses ini yaitu refluks. Metode destruksi basah baik yang terbuka dan tertutup menggunakan asam pendestruksi atau penentuan variasi komposisi pelarutnya dengan perbandingan HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$

(3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1). Kemudian larutan bening yang dihasilkan dianalisis dengan menggunakan instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 217 nm.

3.4 Tahapan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan tahapan-tahapan sebagai berikut :

1. Pemilihan dan preparasi sampel campuran
2. Pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
3. Pembuatan kurva standar timbal (Pb)
4. Penentuan logam timbal (Pb) menggunakan variasi metode destruksi basah dan variasi komposisi zat pendestruksi pada timbal (Pb) dalam sawi
5. Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel sawi dengan spesies berbeda
6. Menganalisa data (validasi data) yang telah diperoleh

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Pemilihan dan Preparasi Sampel Campuran

Dalam penelitian ini sampel yang digunakan adalah sawi hijau dan sawi putih yang dibeli di Pasar tradisional sekitar kota Malang. Masing-masing sampel disimpan dalam toples kaca agar terjaga kesegaran dan kualitasnya. Selanjutnya masing-masing sampel sawi sebanyak 1 ikat ditumbuk hingga halus dengan mortal

dan ditimbang sebanyak 5 gram. Dilakukan preparasi sampel ini setiap akan melakukan analisis.

3.5.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Logam Pb

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

3.5.3 Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)

Pembuatan kurva standar timbal 10 mg/L diperoleh dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku Pb 1000 mg/L kedalam labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan sampai tanda batas. Larutan standar timbal (Pb) 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; dan 1,4 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 4 mL dan 7 mL larutan baku 10 mg/L kedalam labu ukur 50 mL. Kemudian diencerkan sampai tanda batas (Hidayat, 2015).

Sederetan standar Pb dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) Varian Spectra AA 240 pada kondisi optimum sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing (Rohman, 2007).

3.5.4 Penentuan Logam Timbal (Pb) Menggunakan Destruksi Basah

3.5.4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Langkah kerja destruksi basah secara terbuka yaitu ditimbang 1 gram sampel campuran, lalu semuanya dimasukkan kedalam gelas beaker ukuran 100 mL. Setelah itu ditambahkan dengan 15 mL HNO₃ 65% p.a. Pada penambahan variasi

zat pengoksidasi, ditambahkan HNO_3 65% p.a terlebih dahulu dan setelah itu ditambahkan HClO_4 65% p.a dengan komposisi zat pendestruksi sesuai tabel 3.1. Kemudian dipanaskan diatas *hot plate* dengan suhu 100°C hingga larutan bening. Apabila larutan masih berwarna keruh maka ditambahkan HNO_3 . Kemudian didinginkan sampai suhu kamar. Lalu disaring dengan kertas saring Whatman 42 ke dalam labu takar 10 mL dan diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M hingga tanda batas. Kemudian diukur konsentrasi Pb pada sampel dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) (James, 1999).

3.5.4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup

Langkah kerja destruksi basah secara tertutup (refluks) yaitu sampel sawi dihancurkan menggunakan mortal. Kemudian ditimbang 1 gram didalam neraca analitik dan direfluks. Sampel sebanyak 1 gram dimasukkan ke dalam labu didih 250 mL yang dilengkapi kondensor air. Ditambahkan campuran HNO_3 65% p.a 15 mL dan pada saat menggunakan variasi zat pengoksidasi maka ditambahkan HNO_3 + HClO_4 . Dipanaskan sekitar 100°C selama 3 jam. Kemudian dipanaskan sampai mendidih hingga didapatkan larutan jernih (Muljadji, 2003). Selanjutnya didinginkan pada suhu kamar dan disaring dengan kertas saring Whatman 42. Kemudian dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan menggunakan HNO_3 0,5 M hingga tanda batas. Diukur logam timbal dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) (Evans dkk, 2011).

3.5.5 Penentuan Zat Pengoksidasi Menggunakan Destruksi Basah Variasi Pelarut

Berdasarkan kedua metode destruksi basah tersebut (terbuka dan tertutup) dilakukan pengulangan dengan asam oksidator atau penentuan variasi komposisi

pelarut pada Pb dalam sawi. Adapun metode destruksi dan zat pengoksidasi yang digunakan sebagai berikut :

Tabel 3.1 Volume perbandingan zat pendestruksi

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

Keterangan :

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

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

3.5.6 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Sawi dengan Spesies Berbeda

Prosedur penelitian ini diambil sebanyak 1 gram sampel sawi dari masing-masing sampel A dan sampel B yang kemudian dianalisis dengan menggunakan

metode destruksi dan zat pengoksidasi dengan perolehan kadar timbal tertinggi yang telah diperoleh pada tahap penelitian sebelumnya. Dilakukan uji kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulangan dari masing-masing jenis sawi.

Tabel 3.2 Hasil analisis kadar logam timbal (Pb)

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

3.5.7 Menganalisa Data (Validasi Data)

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

3.5.7.1 Penentuan Linearitas

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

$$y = ax + b \dots\dots\dots(3.1)$$

Keterangan :

y = Absorbansi Sampel
x = Konsentrasi Sampel

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

3.5.7.2 Sensitivitas

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

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

Keterangan :

b = Kadar yang terbaca instrumen (mg/L)

V = Volume larutan (L)

W = Berat contoh (Kg)

3.5.7.3 Akurasi

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

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

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian dengan judul penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sawi (*Brassica sp.*) menggunakan destruksi basah secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini memiliki beberapa tahapan yang dilakukan yaitu, pemilihan dan preparasi sampel campuran, pengaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA), pembuatan kurva standar timbal (Pb), penentuan logam timbal (Pb) menggunakan variasi metode destruksi basah dan penentuan zat pengoksidasi terbaik pada timbal (Pb) dalam sawi, penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel sawi dengan spesies berbeda, dan analisis data yang telah diperoleh.

4.1 Pemilihan dan Pengambilan Sampel

Pemilihan sampel dalam penelitian ini menggunakan teknik sampling *non probability* dalam arti sampel dipilih secara acak (*random*). Pada teknik ini, sampel disesuaikan dengan kriteria yang telah ditetapkan dengan batasan masalah penelitian. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sawi hijau (*Brassica rapa var. parachinensis* L.) dan sawi putih (*Brassica chinensis* L.) yang dibeli di pasar tradisional di sekitar kota Malang. Bagian-bagian sawi yang akan dianalisis yaitu semua bagian dari sawi kecuali pangkal batang. Pemilihan sampel sawi ini juga dilatarbelakangi oleh banyaknya masyarakat dari berbagai kalangan mengkonsumsi tanaman ini. Selain itu sawi yang dijual di pasar tradisional kurang memperhatikan higienitasnya, baik itu pada proses pembibitan, penanaman, pemanenan, dan sampai pada konsumen. Dalam hal ini dimungkinkan adanya

migrasi logam dari proses penanaman melalui tanah, perairan, pupuk, dan pestisida dalam sawi.

Adapun preparasi sampel dilakukan dengan cara masing-masing sampel sawi hijau dan sawi putih dihaluskan dengan menggunakan mortal, kemudian masing-masing sampel tersebut dicampur dan ditimbang 1 gram. Pencampuran ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) pada sampel sawi secara umum. Pencampuran sampel dalam suatu analisa sangat diperlukan karena untuk meminimalkan tingkat kesalahan saat hasil analisa telah didapatkan. Sampel dihaluskan untuk memperluas permukaan sampel dan dapat mempercepat proses destruksi, sehingga zat pengoksidasi akan lebih mudah mengabsorpsi sampel dan merombak ikatan-ikatan senyawa organik dalam sampel menjadi senyawa-senyawa logam anorganik atau senyawa garam. Hasil preparasi sampel ini dianalisa lebih lanjut. Berikut gambar sampel campuran yang akan dianalisa :



Gambar 4.1 Sampel Campuran

4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Searapan Atom (SSA)

Analisis kadar berbagai logam dalam suatu sampel salah satunya dapat dilakukan menggunakan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Hal ini dikarenakan waktu pengerjaan alat SSA cepat, sensitif, dan sangat spesifik untuk logam-logam yang akan dianalisis. Dalam penggunaan alat ini sangat diperlukan

adanya pengaturan alat secara optimum agar diperoleh populasi atom pada tingkat keadaan dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap gelombang radiasi yang khas untuk atom-atom yang diinginkan dan berubah ke keadaan tereksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar maka radiasi yang diserap juga akan semakin banyak. Sehingga pada kondisi yang optimum akan diperoleh serapan yang maksimum.

Kondisi optimum parameter pada Spektroskopi Serapan Atom (SSA) yang perlu diperhatikan adalah: panjang gelombang, laju alir pembakar, laju alir oksidan, kuat arus lampu katoda cekung (*Hallow Catode Lamp*), lebar celah, dan tinggi pembakar Burner. Optimasi alat bertujuan mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan respon terbaik. Pada kondisi optimum perubahan serapan akibat perubahan konsentrasi akan lebih sensitif kondisi optimum peralatan ini. Adapun kondisi optimum alat SSA yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

Tabel 4.1 Panjang Gelombang Optimum Untuk Logam Timbal (Pb)

No.	Parameter	Satuan	Timbal (Pb)
1.	Panjang Gelombang	Nm	217
2.	Laju Alir Asetilen	L/menit	2,0
3.	Laju Alir Udara	L/menit	10,0
4.	Kuat Arus HCL	μA	10,0
5.	Lebar Celah	Nm	1,0
6.	Tinggi Burner	Nm	2,0

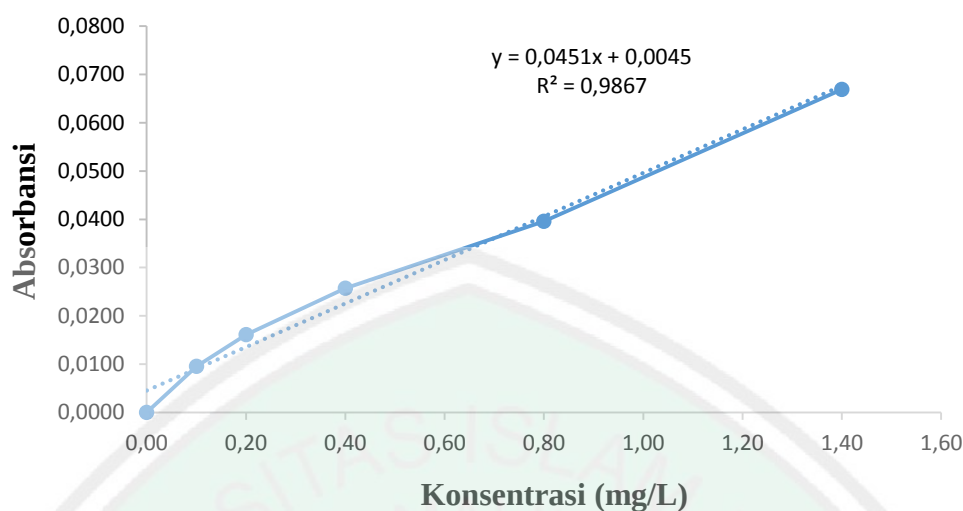
Pemilihan panjang gelombang pada Tabel 4.1 mengacu pada kadar maksimum logam timbal (Pb) pada sampel sawi yaitu 0,1 – 1,4 $\mu\text{g/mL}$, sehingga diasumsikan kadar logam timbal (Pb) dalam sawi berkisar pada *range* tersebut. Laju

alir udara pembakar yang paling baik digunakan adalah 10,0 L/menit. Optimasi tinggi pembakar digunakan untuk mendapatkan populasi atom yang terbanyak sehingga pembakaran tepat pada lintasan energinya. Apabila gas pembakar untuk energi pengatoman kurang maka akan dihasilkan pengatoman yang kurang sempurna.

4.3 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

Kurva standar merupakan bagian terpenting untuk melakukan pengujian kadar suatu unsur dalam analisis kimia. Untuk menghasilkan kurva standar yang diinginkan dalam pembuatan kurva standar harus berbentuk linier. Berdasarkan hukum *Lambert-Beer* absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasi. Dalam hal ini diartikan apabila konsentrasi semakin tinggi maka nilai absorbansi juga semakin tinggi, dan sebaliknya jika konsentrasi rendah maka absorbansinya juga rendah.

Larutan standar timbal (Pb) diperoleh dari pengenceran larutan induk timbal nitrat (PbNO_3) E Merck 100 ppm. Kemudian pembuatan kurva standar logam timbal nitrat (PbNO_3) dibuat dengan mengukur absorbansi larutan standar logam timbal dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; dan 1,4 ppm yang diukur pada panjang gelombang 217 nm. Dari data yang didapatkan kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan membandingkan konsentrasi larutan standar timbal (x) terhadap absorbansinya (y), sehingga dapat ditentukan persamaan garis regresi linier. Kurva kalibrasi logam timbal (Pb) ditunjukkan pada Gambar 4.2 sebagai berikut:



Gambar 4.2 Grafik Kurva Kalibrasi Timbal (Pb) Pb^{2+}

Berdasarkan Gambar 4.2 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi maka semakin tinggi pula absorbansinya, sehingga persamaan dari kurva standar logam timbal (Pb) diperoleh persamaan linier $y = 0,0451x + 0,0045$, dimana y adalah absorbansi, a adalah *slope*, x adalah konsentrasi, dan b adalah *intersept*. Hubungan linieritas antara konsentrasi analit dan absorbansi dapat ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi (R^2), dengan hasil yang didapatkan oleh kurva standar penelitian ini yaitu $R^2 = 0,9867$. Nilai linieritas yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan yaitu $R^2 > 0,99$. Dalam hal ini alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi (C) dan absorbansi (A). Nilai *slope* (kemiringan) sebesar 0,0451 menunjukkan sensitivitas yang diperoleh dari pembuatan kurva standar timbal (Pb). Nilai tersebut mengartikan bahwa setiap perubahan konsentrasi (sumbu x) akan memberikan perubahan terhadap nilai absorbansi (sumbu y) sebesar 0,0451.

4.3.1 Batas Deteksi (LOD)

Limit of Detection (LOD) merupakan parameter uji batas dengan jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat terdeteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko (Harmita, 2004). Nilai LOD yang didapatkan dari kurva standar timbal (Pb) adalah 0,0072 ppm. Apabila konsentrasi timbal (Pb) yang terukur dalam instrumen $> 0,0072$ ppm, maka dapat dipastikan bahwa sinyal tersebut berasal dari logam timbal (Pb). Sebaliknya, apabila konsentrasi timbal (Pb) yang terukur dalam instrumen berada dibawah limit deteksi, maka sinyal yang ditangkap oleh alat SSA sepenuhnya berasal dari pengganggu.

4.3.2 Batas Kuantitasi (LOQ)

Limit of Quantitation (LOQ) adalah konsentrasi atau jumlah terendah dari analit yang masih dapat ditentukan sehingga memenuhi kriteria akurasi dan presisi. Dalam hal ini LOQ menunjukkan batas rentang kerja yang harus dicapai dalam suatu pengukuran. Nilai uji linieritas pada rentang 0,1 mg/L hingga 1,4 mg/L dalam kurva kalibrasi menunjukkan hasil yang linier, namun pengukuran harus mencapai limit kuantisasi agar didapatkan data yang lebih akurat. Nilai LOQ yang didapatkan pada pembuatan kurva standar timbal (Pb) sebesar 0,0242, dimana pada nilai ini menunjukkan bahwa alat memiliki akurasi yang tinggi karena konsentrasi larutan standar lebih besar dari nilai LOQ.

4.3.3 Nilai Akurasi

Penentuan nilai akurasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui keakuratan suatu metode yang digunakan dalam analisis. Priyambodo (2011) dalam Diana (2012) menyatakan syarat nilai akurasi yang baik untuk sampel berada pada rentang 98%-102%. Nilai akurasi dari kurva standart timbal (Pb) yang dinyatakan

dalam % *recovery* untuk konsentrasi 0,1 ppm; 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,8 ppm; dan 1,4 ppm secara berturut-turut adalah 110,86%; 128,6%; 117,5%; 97,28%; dan 98,8%. Dari persyaratan tersebut ada sebuah data yang tidak masuk rentang 98%-102%, hal ini dapat disebabkan karena adanya pengaruh atau gangguan dari interferen-interferen yang ada dalam larutan standar yang dapat mempengaruhi pembacaan absorbansi dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

4.4 Penentuan Variasi Metode Destruksi Basah

Pemilihan metode preparasi sampel sangat mempengaruhi hasil yang akan diperoleh. Salah satu metode yang digunakan untuk analisis logam dalam sawi adalah destruksi basah dengan variasi metode yaitu metode destruksi basah tertutup dan destruksi basah terbuka menggunakan Spektroskopi Serapan Atom. Fungsi destruksi tersebut untuk memutus ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Metode destruksi basah ini menggunakan zat pengoksidasi (asam-asam kuat) yakni HNO_3 dan HClO_4 yang dapat digunakan baik tunggal maupun campuran.

Kesempurnaan proses destruksi ditandai dengan diperolehnya larutan jernih setelah destruksi. Larutan yang jernih menunjukkan bahwa semua komponen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa-senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi merupakan senyawa garam yang stabil (Raimon, 1993).

4.4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Metode Destruksi Basah Terbuka

Destruksi basah terbuka merupakan jenis metode destruksi yang umum digunakan dalam analisis logam. Prinsip dari metode ini yaitu pemutusan atau perombakan zat organik dalam sampel menjadi logam anorganik atau senyawa-senyawa garam. Metode ini menggunakan bantuan zat pengoksidasi dan pemanasan pada suhu tertentu.

Komposisi zat pengoksidasi yang digunakan dalam metode destruksi basah terbuka pada penelitian ini adalah asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat (HClO_4), dengan variasi HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1) dengan total volume pada masing-masing variasi sebesar 15 mL. Tujuan dari variasi zat pengoksidasi tersebut untuk mengetahui zat pengoksidasi yang paling efektif dalam menganalisis kadar logam timbal (Pb) pada sawi sehingga diperoleh kadar logam yang maksimal.

Preparasi sampel pada destruksi basah terbuka menggunakan sampel sawi campuran yang telah ditumbuk halus. Kemudian ditimbang sebanyak 1 gram dengan neraca analitik. Selanjutnya ditambahkan zat pengoksidasi sesuai komposisi. Setelah itu, sampel dipanaskan diatas *hot plate* pada suhu 100°C . Fungsi pemanasan ini adalah untuk mempercepat proses pemutusan senyawa-senyawa organik dalam sampel. Suhu pemanasan harus di bawah titik didih dari asam nitrat (121°C), hal ini dilakukan agar asam nitrat tidak terlalu banyak mengalami penguapan pada saat destruksi. Perlu dilakukan pengadukan larutan sampel selama proses pemanasan agar sampel bisa larut dengan cepat sehingga proses destruksi berjalan maksimal.

Variasi zat pengoksidasi yang pertama dilakukan adalah larutan tunggal, yaitu HNO_3 p.a 65%, dilanjutkan variasi zat pengoksidasi kedua yakni $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$

(1:1) dan begitupun seterusnya hingga perbandingan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1). Asam nitrat (HNO_3) merupakan zat yang paling utama dan sering digunakan dalam proses destruksi. Hal ini dikarenakan asam nitrat dapat merombak berbagai macam logam-logam. Dalam keadaan panas, asam nitrat akan mengoksidasi logam Pb. Proses oksidasi ditandai dengan adanya gas warna kecoklatan dari larutan sampel. Pemanasan selama proses destruksi basah ini mampu membantu proses pemutusan logam Pb, karena logam Pb belum dapat memutus dan melarutkan logam Pb tanpa adanya pemanasan. Asam perklorat (HClO_4) merupakan zat pendestruksi untuk membantu asam nitrat dalam proses perombakan pada sampel agar proses destruksi berjalan dengan maksimal.

Hasil proses destruksi ini ditandai dengan diperolehnya larutan yang bening dan larutan berkurang setengahnya dari volume awal sebelum destruksi. Selanjutnya sampel diencerkan menggunakan HNO_3 0,5 M ke dalam labu ukur 10 mL. Pengenceran dilakukan pada konsentrasi tertentu, dimana larutan sampel harus berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar sehingga diperoleh kondisi yang ideal untuk dianalisis (Rohman, 2007). Maksud dari pengenceran ini yaitu untuk mendapatkan volume larutan yang presisi dan menghindari adanya bahaya pada instrumen yang diakibatkan oleh larutan hasil destruksi yang masih pekat. Kemudian larutan tersebut dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) dengan metode kurva standar yang dapat digunakan kembali untuk menganalisis sampel selanjutnya (*recall*), sehingga dapat dibandingkan hasil pembacaan suatu kurva terhadap kelima variasi zat pengoksidasi tersebut dengan ditinjau kestabilan data hasil destruksinya. Hasil perolehan nilai rata-rata

konsentrasi logam timbal (Pb) setelah dianalisa dengan alat SSA seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2 di bawah ini :

Tabel 4.2 Konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam sampel sawi menggunakan destruksi basah terbuka secara Spektroskopi Serapan Atom

No.	Variasi Zat Pengoksidasi	Rata-rata Konsentrasi Logam
		Timbal (Pb) (mg/Kg)
1.	HNO ₃ + HClO ₄ (1:1)	6,822
2.	HNO ₃ + HClO ₄ (3:1)	3,945
3.	HNO ₃ + HClO ₄ (5:1)	3,466
4.	HNO ₃ + HClO ₄ (8:1)	2,149
5.	HNO ₃	3,652

Tabel 4.2 menunjukkan nilai rata-rata konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel sawi dalam keadaan segar menggunakan destruksi basah terbuka dengan variasi zat pengoksidasi HNO₃; HNO₃ + HClO₄ (1:1); HNO₃ + HClO₄ (3:1); HNO₃ + HClO₄ (5:1); dan HNO₃ + HClO₄ (8:1). Hasil konsentrasi yang diperoleh pada zat pengoksidasi campuran HNO₃ + HClO₄ (1:1) ini lebih besar dari pada konsentrasi yang diperoleh pada variasi zat pengoksidasi lainnya. Hasil kadar yang diperoleh dari zat pengoksidasi campuran HNO₃ + HClO₄ (8:1) lebih rendah dari zat pengoksidasi HNO₃ + HClO₄ (1:1). Hal ini disebabkan karena adanya penggunaan zat pendestruksi campuran yaitu HNO₃ dan HClO₄, yang mana penambahan HClO₄ disini berfungsi untuk memaksimalkan pemutusan ikatan Pb dalam sampel. Semakin banyak komposisi HClO₄ sebagai variasi zat pendestruksi maka proses destruksi akan maksimal.

4.4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Metode Destruksi Basah Tertutup

Prinsip dari destruksi basah tertutup (refluks) hampir sama dengan proses destruksi basah terbuka yaitu perombakan senyawa organik dalam sampel yang dianalisis, tetapi sistem komponennya menggunakan sistem tertutup dengan menggunakan alat refluks. Kelebihan dari metode ini, adalah meminimalisir kehilangan analit berupa logam yang volatil dalam sampel, sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi (Hidayat, 2015).

Perubahan warna yang terjadi dalam sampel pada saat pemanasan menjadi indikator bahwa proses destruksi sedang berlangsung. Pada destruksi basah tertutup ini perubahan warna yang terjadi adalah dari larutan yang tidak berwarna menjadi warna kecokelatan menjadi kuning jernih yang disertai dengan adanya gelembung gas NO pada labu alas bulat. Pemanasan pada labu alas bulat menyebabkan terjadinya perpindahan kalor dari sistem ke lingkungan (*eksotermis*). Kalor yang dilepaskan akan masuk ke dalam kondensor yang menyebabkan terjadinya perpindahan kalor dari lingkungan ke sistem (*endotermis*).

Larutan hasil destruksi didapatkan berupa larutan yang jernih kekuningan, hal ini menunjukkan bahwa ikatan logam dalam sampel telah terputus sehingga diperoleh analit berupa Pb ionik. Akibat dekomposisi bahan organik oleh asam nitrat, senyawa organik dalam sampel berikatan dengan logam timbal (Pb) akan terlepas, yang kemudian diubah ke dalam bentuk garamnya menjadi Logam-(NO₃)_x yang mudah larut dalam air. Larutan hasil destruksi ini didinginkan dalam suhu ruang dan disaring dengan kertas saring *Whatman 42* untuk memisahkan residu yang masih terdapat dalam larutan, misalnya seperti gumpalan atau endapan dan pengotor-pengotor lainnya. Setelah itu larutan tersebut diencerkan menggunakan

HNO_3 0,5 M pada labu ukur 20 mL hingga tanda batas dan dihomogenkan. Kemudian larutan dianalisis dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Hasil perolehan nilai rata-rata konsentrasi logam timbal (Pb) setelah dianalisa dengan alat SSA seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.3 di bawah ini :

Tabel 4.3 Konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel sawi menggunakan destruksi basah tertutup secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

No.	Variasi Zat Pengoksidasi	Rata-rata Konsentrasi Logam Timbal (Pb) (mg/Kg)
1.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1)	12,348
2.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1)	8,546
3.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1)	8,909
4.	$\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1)	10,398
5.	HNO_3	8,432

Berdasarkan Tabel 4.3 dapat diketahui nilai rata-rata konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel sawi dalam keadaan segar menggunakan destruksi basah tertutup dengan variasi zat pengoksidasi HNO_3 ; $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); dan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1) yang dilakukan tiga kali pengulangan. Hasil kadar timbal yang diperoleh pada zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) lebih besar dari pada konsentrasi yang diperoleh pada variasi zat pengoksidasi lainnya. Hal ini dikarenakan adanya penggunaan dan penambahan zat pengoksidasi HClO_4 lebih banyak dari perbandingan 3:1; 5:1 dan 8:1 maupun penggunaan zat pendestruksi tunggal.

Menurut Sukei (2013) menyatakan bahwa HClO_4 merupakan agen pengoksidasi yang kuat sehingga dapat menyempurnakan proses destruksi. Dengan kata lain, semakin banyak volume penambahan HClO_4 maka kemampuan untuk melepas Pb dalam sampel akan semakin maksimal. Sedangkan nilai konsentrasi

yang diperoleh dari zat pengoksidasi 5:1 sedikit lebih kecil dari pada 8:1, seharusnya nilai 5:1 lebih tinggi dari perbandingan zat pendestruksi 8:1 karena diasumsikan sampel yang digunakan berupa sampel segar dimana kadar timbal didalamnya berbeda disetiap harinya.

Hasil konsentrasi yang diperoleh kemudian diuji dengan statistik untuk mengetahui pengaruh variasi metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi yang digunakan dalam proses destruksi basah terbuka dan tertutup. Uji statistik dengan *Two Way Anova* ini menggunakan tingkat kepercayaan hasil uji 95%, kemudian dilakukan pengujian dengan hipotesis:

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

Aturan yang harus diikuti dalam penentuan H_0 atau H_1 yang diterima adalah sebagai berikut:

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

Tabel 4.4 Hasil Uji *Two Way Anova* pengaruh metode destruksi dan zat pengoksidasi terhadap kadar logam Pb dalam sawi

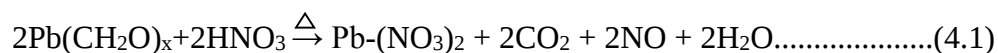
Sumber Variasi	SS	df	Mean Square	F hitung	F tabel
Corrected Model	314,071(a)	11	28,552	77,244	0,361
Intercept	1414.753	1	1414.753	3827,446	
Variasi komposisi	313,949	9	34,883	94,372	
Perlakuan	0,122	2	0,061	0,165	
Error	6,653	18	0,370		
Total	1735.478	30			
Corrected Total	320.725	29			

Berdasarkan Tabel 4.4 mengetahui bahwa hasil uji *Two Way Annova* dengan menggunakan tingkat kesalahan sebesar 0,05, diperoleh nilai F hitung = 94,372 dan F tabel = 0,361. Nilai F hitung ($94,372 > 0,361$), maka sesuai aturan, H_0 ditolak dan H_1 diterima, artinya terdapat pengaruh yang signifikan dengan adanya variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi dalam penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sawi.

4.5 Penentuan Metode Destruksi Basah dan Zat Pengoksidasi pada Timbal (Pb) dalam Sampel Sawi

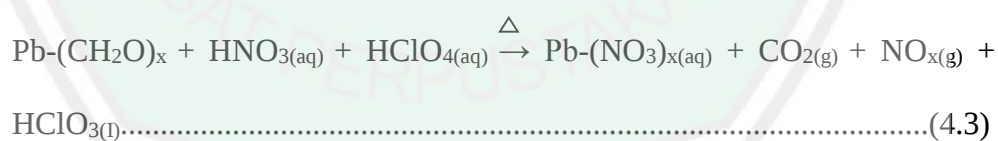
Pemilihan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang tepat bergantung pada keberhasilan penelitian dalam kadar logam menggunakan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA). Analisis sampel menggunakan alat ini dalam bentuk larutan, sehingga logam-logam yang terikat pada senyawa-senyawa organik dalam sampel mudah untuk dideteksi. Beberapa hal yang perlu diperhatikan untuk penentuan metode destruksi dan zat pengoksidasi yang efisien, yaitu jenis sampel yang akan dianalisis, ukuran sampel, dan unsur-unsur yang akan dianalisis.

Penelitian ini menggunakan variasi zat pengoksidasi berupa HNO_3 p.a; HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (1:1); HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (3:1); HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (5:1); dan HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (8:1). Senyawa organik dalam sampel sawi akan mengalami pemutusan ikatan apabila ditambahkan dengan zat pengoksidasi tersebut. Adapun reaksi yang diasumsikan antara logam timbal dan HNO_3 , adalah sebagai berikut:



Persamaan 4.1 tersebut telah kita ketahui bahwa $(\text{CH}_2\text{O})_x$ merupakan senyawa organik dalam sampel sawi. Kemudian didekomposisi oleh HNO_3 menghasilkan gas CO_2 dan gas NO yang berwarna kecokelatan. Dimana adanya gas tersebut tekanan selama proses destruksi meningkat. Akibatnya, ikatan antar logam dengan senyawa organik mengalami pemutusan dan menghasilkan logam timbal (Pb) dalam bentuk garam $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$. Dengan titik lebur logam timbal (Pb) yang tinggi yaitu sebesar 1740°C , maka proses pemanasan dengan suhu 100°C dapat dipastikan logam timbal (Pb) masih terdapat dalam sampel. Selain itu, dengan pemanasan pada suhu 100°C persenyawaan $\text{Pb}-(\text{NO}_3)_2$ akan terurai menjadi ion Pb^{2+} dan 2NO_3^- yang kemudian dapat dianalisis menggunakan SSA.

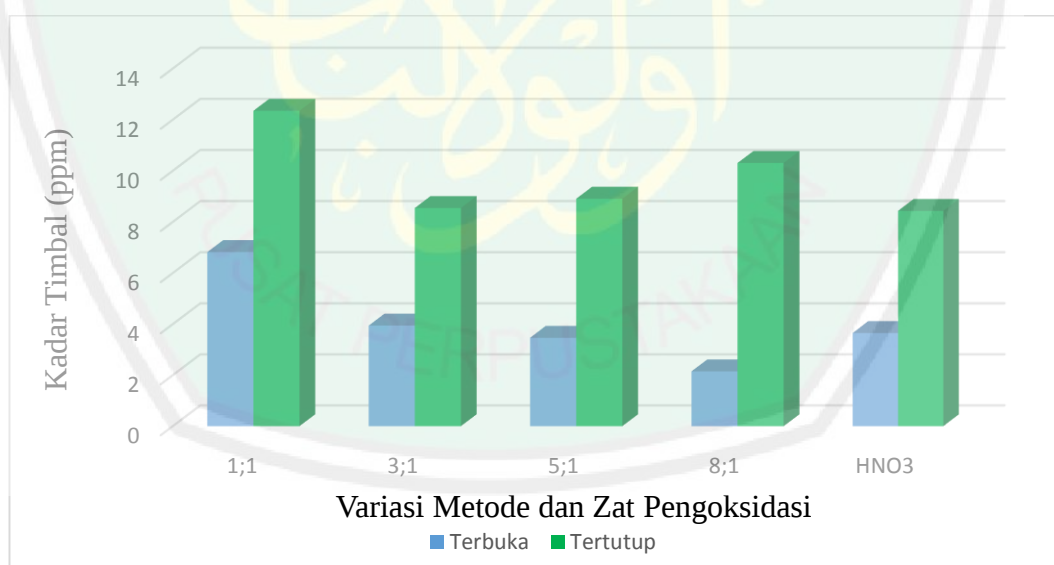
Variasi zat pengoksidasi selanjutnya adalah campuran HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (1:1); HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (3:1); HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (5:1); dan HNO_3 p.a + HClO_4 p.a (8:1). Fungsi penambahan HNO_3 sebagai pengoksidasi utama karena sifat logam timbal yang dapat mudah larut dalam HNO_3 . Sedangkan HClO_4 untuk memaksimalkan pemutusan ikatan dalam sampel. Adapun reaksi yang terjadi antara asam nitrat dan asam perklorat dengan senyawa organik, sebagaimana berikut:



Berdasarkan persamaan 4.3 HClO_4 berfungsi sebagai zat pengoksidasi atau oksidator dengan menghasilkan reaksi HClO_4 menjadi HClO_3 . Menurut Sukei (2013) dalam penelitiannya yang berjudul preparasi penentuan Ca , Na , dan K dalam nugget ayam-rumput laut (*Eucheuma cottonii*) menyatakan bahwa penambahan HClO_4 berfungsi sebagai zat pengoksidasi yang kuat sehingga dapat menyempurnakan proses destruksi. Asam perklorat merupakan larutan asam yang

kuat. Kekuatan asam akan meningkat sebanding dengan meningkatnya elektronegativitas dari atom pusat yang dimiliki oleh asam perklorat ini, sehingga dengan adanya pengaruh dari elektronegativitas dapat mempengaruhi kekuatan asam.

Penggunaan dua jenis asam kuat berupa HNO_3 dan HClO_4 sebagai oksidator akan meningkatkan kekuatan asam, sehingga proses destruksi berlangsung maksimal. Penggunaan variasi asam sebagai zat pengoksidasi lebih menguntungkan jika dibandingkan dengan menggunakan asam tunggal karena adanya variasi asam akan memberikan kekuatan asam yang lebih baik, khususnya untuk melarutkan logam-logam yang terkandung dalam sampel organik pada sayuran dan mendegradasi sampel organik. Berikut deret data yang diperoleh dari hasil destruksi pada masing-masing variasi zat pengoksidasi :



Gambar 4.3 Diagram perbandingan perolehan konsentrasi logam Timbal (Pb) dalam sampel sawi berdasarkan variasi metode destruksi dan zat pengoksidasi

Gambar 4.3 menunjukkan hubungan antara metode destruksi basah dan variasi zat pengoksidasi terhadap nilai konsentrasi logam timbal (Pb) yang diperoleh oleh alat SSA. Berdasarkan tabel tersebut dapat diketahui konsentrasi

logam timbal (Pb) yang diperoleh menggunakan metode destruksi basah terbuka lebih rendah dari pada metode destruksi basah tertutup. Hal ini dikarenakan kecepatan daya uap dalam proses destruksi basah tertutup dan destruksi basah terbuka berbeda meskipun menggunakan suhu yang sama yaitu 100°C . Pada metode destruksi basah terbuka, komposisi zat pengoksidasi lebih cepat menguap sehingga ada kemungkinan kemampuan mendestruksinya lebih lemah, oleh karena itu kadar timbal (Pb) yang dihasilkan lebih rendah. Sedangkan pada destruksi basah tertutup, kemungkinan kehilangan analit lebih kecil sehingga kadar timbal yang dihasilkan lebih besar.

Hasil konsentrasi yang diperoleh tiap komposisi zat pengoksidasi menunjukkan hasil yang berbeda-beda. Penggunaan zat pengoksidasi campuran lebih efisien jika dibandingkan dengan menggunakan zat pengoksidasi tunggal. Namun dalam penelitian ini penggunaan HNO_3 lebih tinggi dari zat pengoksidasi campuran seperti HNO_3 p.a. + HClO_4 p.a. (8:1). Hal ini dikarenakan sampel yang digunakan dalam bentuk sampel sawi yang segar, dimana kadar yang terkandung dalam sawi berbeda-beda setiap harinya. Selain itu, zat pengoksidasi campuran $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) merupakan zat pengoksidasi dengan menghasilkan kadar timbal (Pb) paling tinggi dalam sawi. Hal ini dikarenakan adanya kombinasi HClO_4 lebih banyak dibandingkan variasi zat pengoksidasi campuran yang lainnya. Telah diketahui bahwa HClO_4 merupakan oksidator kuat sehingga untuk merombak senyawa organik logam dapat lebih mudah dan efisien.

Keseluruhan hasil analisis dari penelitian ini merekomendasikan metode destruksi dan zat pengoksidasi untuk analisis logam timbal (Pb) dalam sampel sawi dengan spesies berbeda adalah destruksi basah tertutup dengan zat pengoksidasi

campuran, HNO_3 p.a.+ HClO_4 p.a. (1:1). Analisis yang diperoleh berdasarkan konsentrasi logam timbal (Pb) terukur yang paling tinggi dalam sampel sawi.

4.6 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Sawi dengan Spesies Berbeda

Penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel sawi dengan spesies yang berbeda ini menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1) sebagai agen pengoksidasinya. Sampel yang digunakan adalah sawi hijau (*Brassica rapa var.parachinensis* L.) dan sawi putih (*Brassica chinensis* L.). Konsentrasi logam timbal (Pb) dari masing-masing sampel diuji dengan tiga kali pengulangan agar diperoleh hasil akurasi dan kevalidan data dari setiap perlakuan. Konsentrasi logam timbal (Pb) yang diperoleh dari larutan hasil destruksi pada masing-masing sampel sawi dapat dilihat pada Tabel 4.5 berikut:

Tabel 4.5 Kadar logam timbal (Pb) dalam sawi dengan spesies berbeda

No.	Jenis Sampel	Konsentrasi Logam timbal (Pb) mg/Kg			
		Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III	Rata-rata
1.	Sawi Hijau	7,8	9,162	8,708	8,556
2.	Sawi Putih	9,852	9,728	9,736	9,771

Berdasarkan Tabel 4.4 dapat diketahui bahwa konsentrasi rata-rata logam timbal (Pb) dalam larutan hasil destruksi pada sawi hijau (*Brassica rapa var.parachinensis* L.) dan sawi putih (*Brassica chinensis* L.) mempunyai perbedaan yang tidak begitu tinggi. Kadar Pb dalam sawi putih sedikit lebih tinggi dari sawi hijau diasumsikan antara kedua sampel tersebut, sampel sawi putih lebih memiliki

kadar air lebih banyak dari sawi hijau, sehingga peluang untuk menyerap logam timbal akan lebih banyak pada saat proses pengairan selama penanaman.

Adanya logam berat Pb juga dapat mempengaruhi bentuk morfologi daun pada sayuran. Hal ini terlihat dengan penurunan warna hijau pada batang dan daun tanaman yang akhirnya menguning pada ujung dan sisi daun. Sayuran paling besar mengakumulasi logam Pb, sehingga dapat mengalami perubahan penurunan warna hijau. Hal ini disebabkan logam dapat menggantikan unsur Mg dalam klorofil, yaitu suatu senyawa yang menyebabkan batang dan daun berwarna hijau (Widowati, 2011).

4.7 Analisis Hasil Penelitian Menurut Perspektif Islam

Sayuran merupakan kebutuhan manusia yang mempunyai peran yang sangat penting dalam membina dan mempertahankan kesehatan seseorang, seperti yang disabdakan baginda Rasulullah SAW “*Sesungguhnya badanmu mempunyai hak atas dirimu*”. Hadist tersebut mempunyai arti bahwa kehidupan yang sehat secara jasmani merupakan modal utama untuk bisa melaksanakan pengabdian yang terbaik kepada Allah SWT, sehingga merupakan kewajiban seseorang untuk memelihara mengkonsumsi makanan-makanan yang halal lagi baik, dimana dapat memberikan manfaat bagi kesehatan tubuh. Sebagaimana Firman Allah SWT dalam surah Al-Maa'idah ayat 88 :

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

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

Makanan halal dan baik mempunyai makna yang berbeda. Makanan halal merupakan makanan yang diperbolehkan oleh agama dari segi hukumnya. Sedangkan makanan yang baik merupakan makanan yang tidak membahayakan bagi tubuh manusia dari segi kesehatan, seperti makanan yang tidak mengandung bahan-bahan, logam-logam berat maupun zat kimia yang berbahaya bagi tubuh.

Negara Indonesia dengan mayoritas penduduknya beragama islam, makanan yang baik dan halal harus menjadi prioritas utama. Selain itu dengan mengkonsumsi makanan yang halal lagi baik merupakan wujud syukur bagi seorang muslim atas segala nikmat Allah. Sebagaimana firman Allah SWT dalam Q.S An-Nahl ayat 114:

فَكُلُوا مِمَّا رَزَقَكُمُ اللَّهُ حَلَالًا طَيِّبًا وَاشْكُرُوا نِعْمَتَ اللَّهِ إِنَّ كُنتُمْ إِيَّاهُ تَعْبُدُونَ

Artinya: “Maka makanlah yang halal lagi baik dari rizki yang telah Allah berikan kepadamu dan syukuri nikmat Allah, jika hanya kepadanya lah kamu menyembah” (Q.S An-Nahl: 114).

Hasbi (1995), menafsirkan surat An-Nahl ayat 114 tersebut mengandung perintah untuk meninggalkan perbuatan-perbuatan Jahiliyah, bersamaan dengan itu perintah mengkonsumsi makanan yang halal dan baik dari rizki-rizki yang telah disediakan oleh Allah SWT, serta diwajibkan untuk selalu bersyukur atas segala nikmat yang diberikan kepada setiap hambaNya. Surat An-Nahl ayat 114 membuktikan bahwa agama Islam sangat memperhatikan makanan dan minuman yang akan dikonsumsi. Halal disini berarti semuanya harus tersusun dengan baik dan tidak melanggar syariat agama Islam, baik mulai dari pemilihan atau pengambilan bibit tanaman, proses penanaman dan perawatan, hingga proses sampai pada konsumen. Sedangkan yang dimaksud dengan makanan yang baik adalah makanan yang berguna dan tidak membahayakan bagi tubuh manusia dilihat dari sudut kesehatan.

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

1. Makanan yang sehat

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

2. Proporsional

Proporsional adalah makanan yang sesuai dengan kebutuhan, dalam arti tidak berlebih-lebihan. Di Indonesia kebutuhan suatu zat dalam tubuh telah diatur oleh Standart Nasional Indonesia (SNI) dan Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM). Peraturan ini selaras dengan Firman Allah SWT dalam surat al A'raaf ayat 31:

يَبْنِيْٓ اٰدَمَ خُذُوْا زِيْنَتَكُمْ عِنْدَ كُلِّ مَسْجِدٍ وَكُلُوْا وَشَرِبُوْا وَلَا تُسْرِفُوْا ۚ اِنَّهٗ 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 (al A'raaf : 31).*

3. Aman

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

Hasil penelitian ini, diperoleh rata-rata konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel sawi hijau sebesar 8,556 mg/Kg dan sampel sawi putih sebesar 9,771 mg/Kg. Hasil konsentrasi ini cukup besar apabila dibandingkan dengan kadar yang ditetapkan oleh SNI mengenai kadar logam timbal (Pb) dalam buah dan sayur yaitu sebesar 0,5 mg/Kg.

Berdasarkan perspektif Islam, sampel sawi hijau dan sawi putih yang dianalisis dalam penelitian ini merupakan kriteria makanan yang halal dalam segi syari'ah, dan merupakan makanan yang tidak baik untuk dikonsumsi, karena tidak memenuhi standart proporsional yang telah ditetapkan oleh SNI. Menurut Setyawan (2004), Kelebihan logam timbal (Pb) dapat mengakibatkan penumpukan logam timbal (Pb) di dalam tubuh, sehingga dapat menyebabkan gangguan dan kerusakan pada syaraf, batu ginjal, dan otak. Logam timbal (Pb) sangat berbahaya apabila terakumulasi dalam tubuh bayi dan anak-anak, karena dapat menyebabkan gangguan mental dan penurunan kecerdasan.

Mengonsumsi makanan yang terlalu berlebihan juga tidak baik bagi tubuh. Islam sendiri melarang umatnya untuk tidak berlebihan dalam berbagai hal, terutama dalam mengonsumsi makanan. Keseimbangan dalam hal makanan dan minuman perlu diperhatikan untuk menjaga kesehatan dan keamanan tubuh.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Penelitian yang berjudul Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Sawi (*Brassica sp.*) Menggunakan Metode Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) ini dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Analisis kadar logam timbal (Pb) menggunakan destruksi basah terbuka dan tertutup dengan zat pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5:1); $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8:1); dan HNO_3 dalam sampel campuran secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA) berturut-turut adalah 6,822 mg/Kg; 3,945 mg/Kg; 3,466 mg/Kg; 2,149 mg/Kg; 3,652 mg/Kg dan 12,348 mg/Kg; 8,546 mg/Kg; 8,909 mg/Kg; 10,398 mg/Kg; 8,432 mg/Kg.
2. Kadar logam timbal (Pb) hasil destruksi basah tertutup dalam sawi hijau rata-rata sebesar 8,556 mg/Kg, sedangkan kadar logam timbal dalam sawi putih rata-rata sebesar 9,771 mg/Kg.

5.2 Saran

Saran penulis untuk penelitian selanjutnya menggunakan sampel kering pada sampel jenis sayuran sehingga dapat mengontrol kadar air didalamnya dibandingkan menggunakan sampel segar. Preparasi sampel menggunakan microwave dan ultrasonic, serta membandingkan kadar logam dalam sayur sawi pada bagian batang dan daun.

DAFTAR PUSTAKA

- Al-Mahally, Imam Jalaluddin dan Imam Jalaluddin As-suyutti. 1990. *Tafsir Jalalain Berikut Asbab An-nujulnya, Jilid I*. Bandung: Sinar Baru
- Anshori, J. 2005. *Materi Ajar Spektrometri Serapan Atom*. Bandung: Unpad Press
- Anuar, M.R. dan Aizat, M.J. 2012. Sumbangan Syeikh Muhammad Arshad B. Abdullah Al-Banjari Dalam Fiqh Al-At'Imah (Makanan) Di Dalam Kitab Sabil Al-Muhtadin. *Jurnal Al-Tamaddun Bil*. 7 (2) 2012, 61-76 72
- Ariyanti, D., Budiono, J.D., Rachmadiarti, F. 2015. *Analisis Struktur Daun Sawi Hijau (Brassica rapa var. Parachinensis) yang Dipaparkan dengan Logam Berat Pb (Timbal)*. Vol.3 No.1. ISSN : 2252-3979
- Astawan, Made. 2005. *Awas Koran Bekas! Kompas Cyber Media*. <http://www.kompas.com>. Diakses tanggal 12 Juni 2006
- Azis, V. 2007. Analisis Kandungan Logam Timah, Seng, dan Timbal pada Sampel Susu Kental Manis Kemasan Kaleng Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi*. Yogyakarta: Jurusan Kimia UII
- Badan Standarisasi Nasional, SNI 3547.1:2009. *Sayur Sawi – Bagian 1 Keras*. Pusat Standarisasi Industri. Departemen Perindustrian. Jakarta
- Bortolli, A., Gerotto, M., Machoiro, M., Palonta, T., Attioli. 1995. *Analytical Problems in Mercury Analysis of Seafood*. Ann, 1st. Sanita. 31: 359-362
- Cahyono, B. 2003. *Teknik dan Strategi Budi Daya Sawi Hijau (Pai-Tsai)*. Yogyakarta : Yayasan Pustaka Nusantara
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: Universitas Indonesia Press
- Day and Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga
- Departemen Kesehatan. 2001. *Kerangka Acuan Uji Petik Kadar Timbal (Pb) pada Spesimen Darah Kelompok Masyarakat Berisiko Tinggi Pencemaran Timbal*. Ditjen PPM dan PLP Departemen Kesehatan RI Jakarta
- Erdayanti, P., Hanifa, A., Anita, S. 2015. *Analisis Kandungan Logam Timbal pada Sayur Kangkung dan Bayam di Jalan Kartama Pekanbaru Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Vol.2 No.1. Pekanbaru: Kompas Bina Widya
- Evan, S. J.; Johson, M.S.; dan Leah, R.T. 2011. Determination of Mercury in Fish Tissue, A Rapid, Automated Tehnique for Routine Analysis. *School of Biology University of Liverpool*. England
- Fahrudin, F. 2009. Budidaya Caisim Menggunakan Ekstrak Teh dan Pupuk Kascing. *Skripsi*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret
- Faiqotuzzaqiah. 2014. Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Susu UHT (Ultra High Temperature) Menggunakan Destruksi Basah Dengan Variasi Zat

Pengoksidasi Secara Spektroskopi Atom (SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang

Haryanto, 1994. *Ilmu Pengetahuan Alam*. Jakarta: Erlangga Suplemen GBPP

Hasbi, A. 1995. *Tafsir An-Nur Jilid III*. Semarang: Pustaka Rezki Putra

Heru dan Yovita. 2003. *Budidaya Tanaman Holtikultural*. Jakarta: Bina Aksara

Hidayat, Yayan Shofyan. 2015. 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

Indrajati, K. Hartatie,P., dan Imelda. 2005. Sturdi Kandungan Logam Pb dalam Tanaman Kangkung Umur 3 dan 6 Minggu yang Ditanam di Media yang Mengandung Pb. *Makara Sains* 9 (2) : 56-59

James, C,J. 1999. *Analytical Chemistry*. London: BIOS Scientific Publishers L.td

Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press

Maleki, A., Gharibi, F., Alimohammad, M., Daraei, H., Zandsalimi, Y. 2013. *Concentration Levels of Heavy Metals in Irrigation Water and Vegetables Grown in Peri-urban Areas of Sanandaj, Iran*. Kurdistan Enviromental Health Research Center, School of Health, Kurdistan University of Medical Sciences, Sanandaj, Iran

Malik, Eugenia P. Lal And Zahoor Ahmad Mir. 2014. Diverse Effect Of Cadmium And Lead On Growth And Yield Of Carrot (*Daucus Carota*). *Department of Biological Sciences*, Sam Higginbottom Institute of Agriculture, Technology and Sciences Allahabad,India

Mariti, Q. 2005. Pemeriksaan Cemaran Pb (II) pada Daun Teh (*Camella sinensis* L.O. Kuntze) yang Ditanam di Pinggir Jalan di Daerah Alahan Panjang Sumatra Barat Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Skripsi S-1*. Padang. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Andalas

Masyhaby, Ali Rahmat. 2015. Penentuan Kadar Logam Tembaga (Cu) Dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Malang

Muchtadi. 2009. *Destruksi Basah dan Kering*. Makasar: UNHAS Press

Mukono, J.K.; Sugijanto, H.; dan Laksminiwati, E. 1991. *Laporan Penelitian: Status Kesehatan dan Kadar Pb (timah hitam) darah pada karyawan SPBU di jawa timur*. Surabaya: Lembaga Penelitian Universitas Airlangga Surabaya

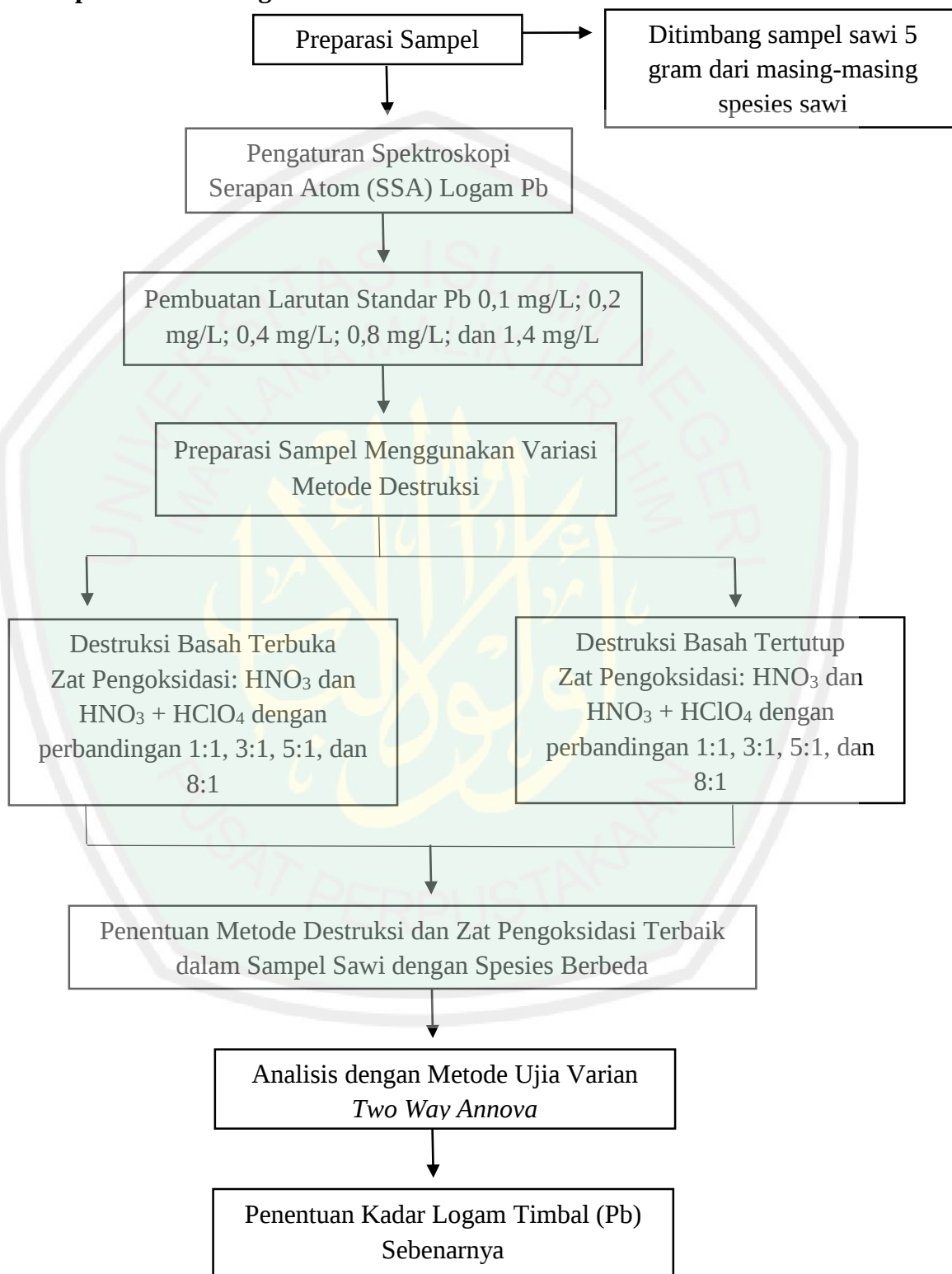
Mulja, J.C dan Miller, J.N. 1991. *Statistika Untuk Kimia Analitik Edisi Kedua Terjemahan Suroso*. Bandung: Penerbit ITB

- Muljadji, A., Nurmandali., Fahyuddin., Tahid. 2003. *Penetapan Raksa dalam Tepung Ikan Secara Spektrometri Absorpsi Atom Uap Dingin*. Vol.05 No.02. FPMIPA Unpad, Bandung
- Mulyaningsih, R., Istanto, I., Yusuf, S., Suprpti, S. 2010. *Analisis Unsur Toksis dan Makro-Mikro Nutrien dalam Bahan Makanan dengan Metode Analisis Aktivasi Neutron*. Vol13 No.1. ISSN 1410-6957. Pusat Teknologi Bahan Industri Nuklir BATAN
- Naser, M.H N. C. Shil, N.U. Mahmud M. H Rashid and K.M. Hossain. 2009. Lead, Cadmium, and Nickel contents of vegetables grown in industrially polluted and non-polluted areas of bangladesh. *ISSN 0258-7122*. Bangladesh
- Palar, H. 2004. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta 78-86
- Plantamor. 2011. Sistematika Taksonomi Tumbuhan. [Hhttp://www.plantamor.com/index.php?plant=225sawi](http://www.plantamor.com/index.php?plant=225sawi). Diakses pada tanggal 23 November 2015
- Prasodo.A.G., Rachmadiarti, F., Yuliani. 2015. *Efektifitas Penggunaan Berbagai Konsentrasi Perasan Buah Belimbing Wuluh (Averhoa billimbi) Terhadap Kadar Pb Sawi Hijau (Brassica Juncea)*. Vol.4 No.1. ISSN: 2252-3979
- Priandoko, D.A., Parwanayoni, Ni.Md.S., dan Sundra, I.K. 2010. Kandungan Logam Berat (Pb dan Cd) pada Sawi Hijau (*Brassica rapa* L. Subsp. *Perviridis* Bailey) dan Wortel (*Daucus Carrota* L. Var. *Sativa Hoffm*) yang Beredar di Pasar Kota Denpasar. *ISSN: 2337-7224*. Jurusan Biologi FMIPA Universitas Udayana
- Raimon. 1993. *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Lokakarya Nasional*. Yogyakarta: Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia
- Riyadina, W. 1997. *Pengaruh Pencemaran Plumbun Terhadap Kesehatan*. Media Litbangkes Balitbang Dep. Kes RI Jakarta
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Rukmana, R. 2002. *Sawi, Bertanam dan Pengolahan Pasca Panen*. Yogyakarta: Penerbit Kanisius
- Salma, M.Y. 2010. *Makanan Halal: Kepentingannya Menurut Perspektif Islam. Thesis*. Universitas Teknologi Malaysia
- Satrohamidjodjo, H. 1991. *Spektroskopi Edisi Kedua*. USA: CSB College Publishing
- Setyawan, A. D. 2004. *Pencemaran Logam Berat Fe, Cd, Cr, dan Pb pada lahan Pertanian di Provinsi Jawa Tengah*. *ISSN Enviro*. Semarang
- Shihab, Q. 1997. *Membumikan al-Qur'an Fungsi dan Peran Wahyu dalam Kehidupan Masyarakat*. Bandung: Mizan

- Shihab, Q. 2002. *Tafsir Al-Mishbah : Pesan, Kesan, dan Keserasian Al-Qur'an*. Jakarta : Lentera Hati
- Skoog, D.A. 2000. *Principles of Instrumental Analysis*. USA: CSB College Publishing
- Slavina, M. 1986. *Atomic Absorption Spectroscopy*. Chemistry Despartemen Brook Have National Laboratorium. New York
- SNI 7387:2009. *Batas Maksimum Cemarkan Logam dalam Pangan*. SNI (Standar Nasional Indonesia)
- Sukesi. 2013. Preparasi penentuan Ca, Na, dan K dalam Nugget ayam – Rumput laut (*eucheuma cottoni*). *Jurnal Jurusan Para Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Secara Kering dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis. *Prosiding Seminar Nasional Metode Analisis*. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI
- Sunarjono, H. 2007. *Beratanam 30 Jenis Sayuran*. Jakarta: Penerbit Swadaya
- Supriyanto, C., Samin., Kamal, Z. 2007. Analisis Cemarkan Logam Berat Pb, Cu dan Cd pada Ikan Air Tawar dengan Metode Spektrometri Nyala Serapan Atom (SSA). *Prosiding Seminar Nasional III SDM Teknologi Nuklir*. Yogyakarta. ISSN 1978-0176
- Tahir, I. 2005. *Validasi dalam Metode Analisis*. Yogyakarta: UGM Press
- Triani, I. L. 2010. Kandungan Pb dan Cd pada Tanaman Kangkung (*Ipomea aquatic Forsk*) yang Ditanam di Sekitar Jalan Ida Bagus Mantra Menuju Klungkung. *Laporan Penelitian Dosen Muda*. Universitas Udayana. Bali
- Tyas, R.S. 1998. Analisis Kadar Timah Hitam dalam darah dan Pengaruhnya Terhadap Aktivitas Enzim Delta Aminolevulinic Acid Dehidratase dan Kadar Hemoglobin dalam Darah Karyawan di Industri Peleburan Timah Hitam. Universitas Padjadjaran Bandung
- Vogel. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatis Makro Dan Semimikro*. Jakarta: PT Kalman Media Pustaka
- Widaningrum., Miskiyah., Suismono. 2007. *Bahaya Kontaminasi Logam Berat Dalam Sayur dan Alternatif Pencegahan Pencemarannya*. Vol.3. Balai Besar Penelitian dan Pengembangan Pasca Panen Pertanian
- Widowati, W. Sandiono, A.Jusuf, R. 2008. *Efek Toksik Logam Pencegahan dan Penanggulangan Pencemarkan*. Yogyakarta: Penerbit Andi

LAMPIRAN

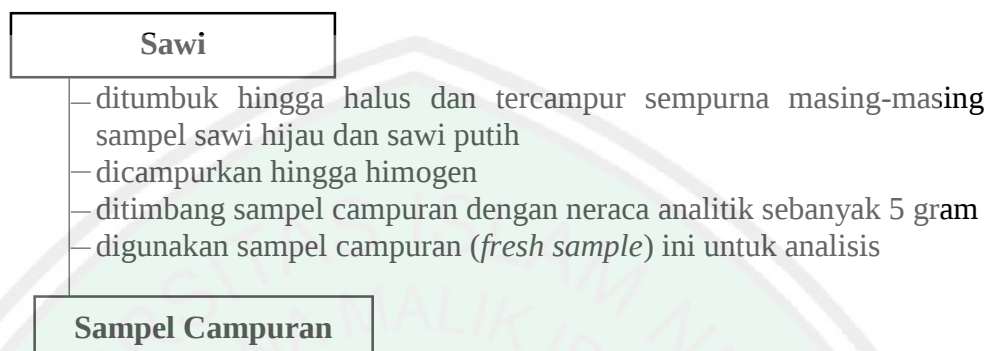
Lampiran 1: Rancangan Penelitian



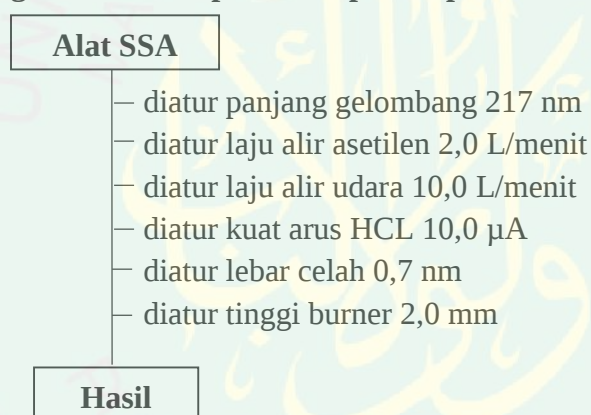
LAMPIRAN

Lampiran 2: Diagram Alir

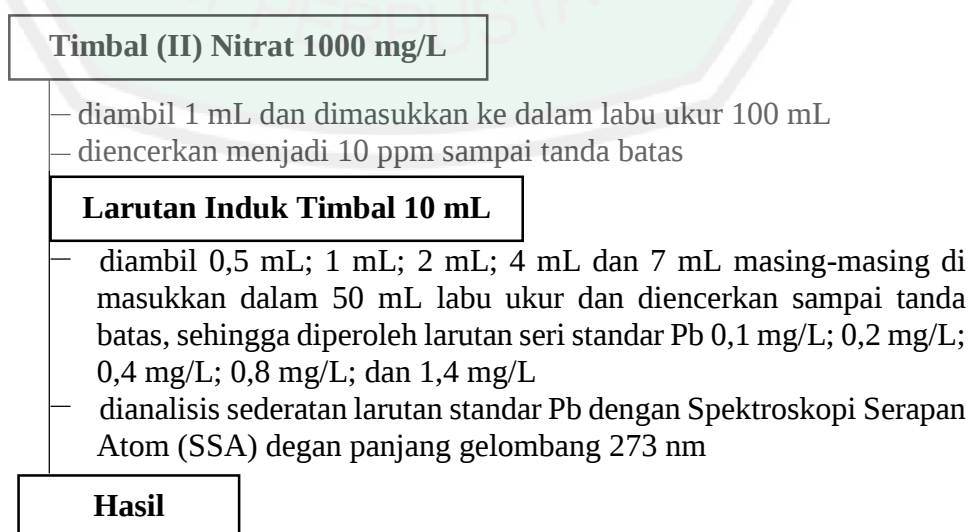
1. Preparasi Sampel Campuran



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



3. Pembuatan Larutan Standar Timbal



4. Penentuan Logam Timbal (Pb) Menggunakan Destruksi Basah

4.1 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Terbuka

Sampel Campuran

- ditimbang 1 gram sampel sawi hasil preparasi
- dimasukkan ke dalam beaker glass 100 mL
- ditambahkan dengan 15 mL HNO_3 65% p.a
- dipanaskan sampai volume berkurang setengahnya diatas hot plate pada suhu 100°C sampai larutan bening
- didinginkan larutan sampai suhu kamar
- disaring dengan kertas saring Whatman 42
- dimasukkan ke dalam labu takar 10 mL
- diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Hasil

4.2 Preparasi Sampel Menggunakan Destruksi Basah Tertutup

Sampel Campuran

- ditimbang 1 gram sampel sawi hasil preparasi
- ditambahkan dengan HNO_3 65% p.a 15 mL di dalam refluks
- dipanaskan dengan suhu 100°C selama 3 jam
- didinginkan larutan hasil refluks sampai suhu kamar
- disaring dengan kertas Whatman 42
- dimasukkan ke dalam labu takar 20 mL
- diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas
- diukur kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Hasil

5 Penentuan Oksidator Menggunakan Destruksi Basah Destruksi Basah Variasi Pelarut

Sampel

- ditimbang sampel sawi campuran sebanyak 1 gram
- dilakukan secara bergantian pada variasi metode destruksi basah dan asam oksidator atau variasi komposisi pelarut seperti tabel berikut:

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

- dilakukan 3 kali ulangan pada setiap destruksi
- ditentukan konsentrasi Pb pada sampel dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Hasil

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

Sampel Campuran

- ditimbang 1 gram masing-masing sampel sawi hijau dan sawi putih
- dianalisis dengan menggunakan metode destruksi basah dan zat pengoksidasi dengan perolehan kadar yang tertinggi. Sehingga didapatkan variasi seperti tabel berikut:

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

- dilakukan uji kadar logam timbal (Pb) dengan menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)
- dilakukan pengulangan prosedur sebanyak 3 kali ulangan dari masing-masing spesies sawi
- dianalisis dengan metode uji varian *Two Way Anova* untuk mengetahui apakah penggunaan metode destruksi dan variasi zat pengoksidasi terbaik mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi

Hasil

LAMPIRAN

Lampiran 3: Perhitungan Preparasi Bahan

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

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

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

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

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

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

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

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

2.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

a. Pembuatan Larutan 10 ppm dari 1000 ppm

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

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

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

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

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

b. Pembuatan larutan standar 0,1 mg/L

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

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

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

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

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

c. Pembuatan larutan standar 0,2 mg/L

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

d. Pembuatan larutan standar 0,4 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{0,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}} \\
 V_1 &= 2 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

e. Pembuatan larutan standar 0,8 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= M_2 \times V_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{0,8 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}} \\
 V_1 &= 4 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

f. Pembuatan larutan standar 1,4 mg/L

$$\begin{aligned}
 V_1 \times M_1 &= V_2 \times M_2 \\
 V_1 \times 10 \text{ mg/L} &= 1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL} \\
 V_1 &= \frac{1,4 \text{ mg/L} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/L}} \\
 V_1 &= 7 \text{ mL}
 \end{aligned}$$

2.3 Pembuatan HNO₃ 0,5 M

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

Mr

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

63 g/mol

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

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

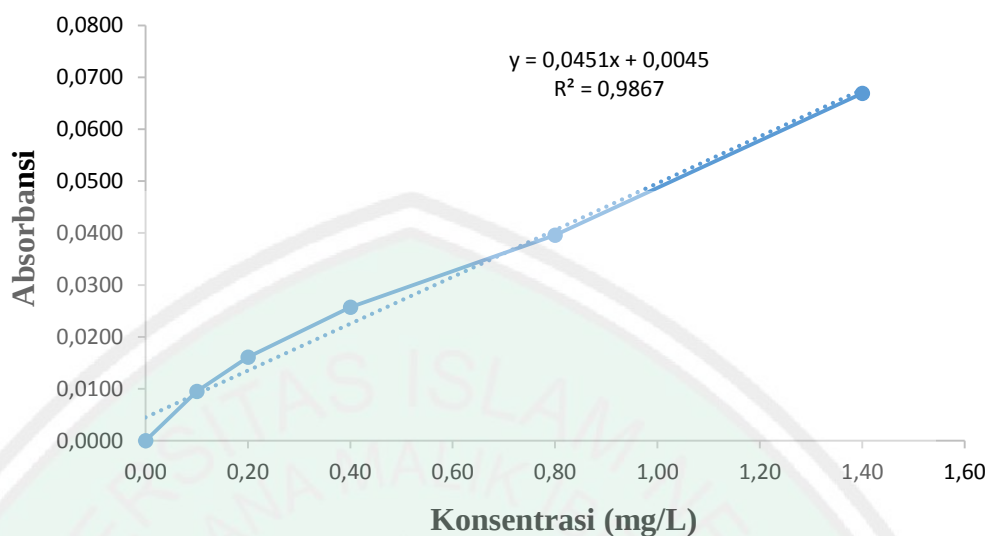
$$14,4 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 1000 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ M} \times 1000 \text{ mL}}{14,4 \text{ M}}$$

14,4 M

$$V_1 = 34,7 \text{ mL}$$

2.4 Hasil Uji Linearitas dan Sensitivitas



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

2.5 Hasil LOD dan LOQ

Sampel	Konsentrasi (ppm)	y	$\hat{y}$	(y- $\hat{y}$)	(y- $\hat{y}$) ²
Blanko	0,00	-0,0001	-0,0018	0,0001	0,00000001
Standar 1	0,10	0,0095	0,0094	0,0001	0,00000001
Standar 2	0,20	0,0161	0,0160	0,0001	0,00000001
Standar 3	0,40	0,0257	0,0256	0,0001	0,00000001
Standar 4	0,80	0,0396	0,0395	0,0001	0,00000001
Standar 5	1,40	0,0669	0,0668	0,0001	0,00000001
Jumlah					0,00000006
SD X/Y					0,001095445
LOD					0,007286774
LOQ					0,02428925

Keterangan : y = Absorbansi

$\hat{y}$ = "y" yang diregresikan pada garis regresi

SD x/y = Standar Deviasi x/y

LOD = Limit Deteksi

LOQ = Limit Kuantitas

$$\begin{aligned}
 \text{a) SD x/y} &= \sqrt{\sum ((y - \hat{y})^2 : (n - 1))} \\
 &= \sqrt{(0,00000006) : (6 - 1)} \\
 &= 0,001095445
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{b) LOD} &= \frac{3 \times SD_{x/y}}{\text{Slope}} \\ &= \frac{3 \times 0,001095445}{0,0451} \end{aligned}$$

$$= 0,007286774$$

$$\begin{aligned} \text{c) LOQ} &= \frac{10 \times SD_{x/y}}{\text{Slope}} \\ &= \frac{10 \times 0,001095445}{0,0451} \end{aligned}$$

$$= 0,02428925$$

2.6 Hasil Uji Akurasi

1. 0,1 ppm

- $y = 0,0451 x + 0,0045$
 $0,0095 = 0,0451 x + 0,0045$
 $0,0095 - 0,0045 = 0,0451 x$
 $x = 0,11086 \text{ ppm}$
- $\% \text{ Recovery} = \frac{0,11086 \text{ ppm}}{0,1 \text{ ppm}} \times 100\%$
 $= 110,86\%$

2. 0,2 ppm

- $y = 0,0451 x + 0,0045$
 $0,0161 = 0,0451 x + 0,0045$
 $0,0161 - 0,0045 = 0,0451 x$
 $x = 0,25720 \text{ ppm}$
- $\% \text{ Recovery} = \frac{0,25720 \text{ ppm}}{0,2 \text{ ppm}} \times 100\%$
 $= 128,6\%$

3. 0,4 ppm

- $y = 0,0451 x + 0,0045$
 $0,0257 = 0,0451 x + 0,0045$
 $0,0257 - 0,0045 = 0,0451 x$
 $x = 0,47006 \text{ ppm}$

$$\begin{aligned} \bullet \text{ \% Recovery} &= \frac{0,47006 \text{ ppm}}{0,4 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 117,5\% \end{aligned}$$

4. 0,8 ppm

$$\begin{aligned} \bullet y &= 0,0451 x + 0,0045 \\ 0,0396 - 0,0045 &= 0,0451 x \\ x &= 0,77827 \text{ ppm} \\ \bullet \text{ \% Recovery} &= \frac{0,77827 \text{ ppm}}{0,8 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 97,28\% \end{aligned}$$

5. 1,4 ppm

$$\begin{aligned} \bullet y &= 0,0451 x + 0,0045 \\ 0,0669 &= 0,0451 x + 0,0045 \\ 0,0669 - 0,0045 &= 0,0451 x \\ x &= 1,38359 \text{ ppm} \\ \bullet \text{ \% Recovery} &= \frac{1,38359 \text{ ppm}}{1,4 \text{ ppm}} \times 100\% \\ &= 98,8\% \end{aligned}$$

2.7 Perhitungan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Hasil Preparasi

1. Kadar Terbaca Instrumen

Zat Pengoksidasi	Metode Destruksi					
	Terbuka			Tertutup		
HNO ₃	0,32 mg/L	0,43 mg/L	0,35 mg/L	0,43 mg/L	0,43 mg/L	0,41 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (1 : 1)	0,78 mg/L	0,69 mg/L	0,68 mg/L	0,60 mg/L	0,61 mg/L	0,67 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (3 : 1)	0,44 mg/L	0,44 mg/L	0,41 mg/L	0,45 mg/L	0,44 mg/L	0,45 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (5 : 1)	0,35 mg/L	0,31 mg/L	0,44 mg/L	0,49 mg/L	0,48 mg/L	0,39 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (8 : 1)	0,22 mg/L	0,23 mg/L	0,22 mg/L	0,49 mg/L	0,54 mg/L	0,54 mg/L

2. Kadar Sebenarnya

Zat Pengoksidasi	Metode Destruksi					
	Terbuka			Tertutup		
HNO ₃	3,168 mg/L	4,300 mg/L	3,490 mg/L	8,577 mg/L	8,570 mg/L	8,149 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (1 : 1)	7,706 mg/L	6,400 mg/L	6,361 mg/L	11,707 mg/L	12,068 mg/L	13,271 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (3 : 1)	4,057 mg/L	3,940 mg/L	3,840 mg/L	8,713 mg/L	8,679 mg/L	8,248 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (5 : 1)	3,282 mg/L	3,065 mg/L	4,053 mg/L	9,496 mg/L	9,461 mg/L	7,771 mg/L
HNO ₃ + HClO ₄ (8 : 1)	2,147 mg/L	2,253 mg/L	2,048 mg/L	9,669 mg/L	10,782 mg/L	10,745 mg/L

a. Destruksi Basah Terbuka

$$\text{Kadar Pb Sebenarnya} = \frac{\text{Konsentrasi hasil pembacaan} \times \text{FP}}{\text{Berat sampel}}$$

- Zat Pengoksidasi HNO₃

$$S1 = \frac{\left(0,32 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0101 \times 10^{-3} \text{ Kg}} \\ = 3,168 \text{ mg/Kg}$$

$$S2 = \frac{\left(0,43 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10 \times 10^{-3} \text{L}}{1 \times 10^{-3} \text{ Kg}} \\ = 4,3 \text{ mg/Kg}$$

$$S3 = \frac{\left(0,35 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0027 \times 10^{-3} \text{ Kg}} \\ = 3,490 \text{ mg/Kg}$$

- Zat Pengoksidasi HNO₃ + HClO₄ (1 : 1)

$$S4 = \frac{\left(0,78 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0121 \times 10^{-3} \text{ Kg}} \\ = 7,706 \text{ mg/Kg}$$

$$S5 = \frac{\left(0,69 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 10 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0780 \times 10^{-3} \text{ Kg}} \\ = 6,400 \text{ mg/Kg}$$

$$S6 = \frac{\left(0,68 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0690 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 6,361 \text{ mg/Kg}$$

- Zat Pengoksidasi $HNO_3 + HClO_4$ (3 : 1)

$$S7 = \frac{\left(0,44 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0844 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 4,057 \text{ mg/Kg}$$

$$S8 = \frac{\left(0,43 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,1167 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 3,940 \text{ mg/Kg}$$

$$S9 = \frac{\left(0,41 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0675 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 3,840 \text{ mg/Kg}$$

- Zat Pengoksidasi $HNO_3 + HClO_4$ (5 : 1)

$$S10 = \frac{\left(0,35 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0662 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 3,282 \text{ mg/Kg}$$

$$S11 = \frac{\left(0,31 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0114 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 3,065 \text{ mg/Kg}$$

$$S12 = \frac{\left(0,44 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0855 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 4,053 \text{ mg/Kg}$$

- Zat Pengoksidasi $HNO_3 + HClO_4$ (8 : 1)

$$S13 = \frac{\left(0,22 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0244 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 2,147 \text{ mg/Kg}$$

$$S14 = \frac{\left(0,23 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0205 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 2,253 \text{ mg/Kg}$$

$$S15 = \frac{\left(0,22 \frac{mg}{L}\right) \times 10 \times 10^{-3} L}{1,0739 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 2,048 \text{ mg/Kg}$$

b. Destruksi Basah Tertutup

- Zat Pengoksidasi HNO_3

$$S16 = \frac{\left(0,43 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0026 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 8,577 \text{ mg/Kg}$$

$$S17 = \frac{\left(0,43 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0035 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 8,570 \text{ mg/Kg}$$

$$S18 = \frac{\left(0,41 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0062 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 8,149 \text{ mg/Kg}$$

- Zat Pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (1 : 1)

$$S19 = \frac{\left(0,60 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0250 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 11,707 \text{ mg/Kg}$$

$$S20 = \frac{\left(0,61 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0109 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 12,068 \text{ mg/Kg}$$

$$S21 = \frac{\left(0,67 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0097 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 13,271 \text{ mg/Kg}$$

- Zat Pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (3 : 1)

$$S22 = \frac{\left(0,45 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0329 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 8,713 \text{ mg/Kg}$$

$$S23 = \frac{\left(0,44 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0139 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 8,679 \text{ mg/Kg}$$

$$S24 = \frac{\left(0,45 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0911 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 8,248 \text{ mg/Kg}$$

- Zat Pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (5 : 1)

$$S25 = \frac{\left(0,49 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0320 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 9,496 \text{ mg/Kg}$$

$$S26 = \frac{\left(0,48 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0146 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 9,461 \text{ mg/Kg}$$

$$S27 = \frac{\left(0,39 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0037 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 7,771 \text{ mg/Kg}$$

- Zat Pengoksidasi $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ (8 : 1)

$$S28 = \frac{\left(0,49 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0135 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 9,669 \text{ mg/Kg}$$

$$S29 = \frac{\left(0,54 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0016 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 10,782 \text{ mg/Kg}$$

$$S30 = \frac{\left(0,54 \frac{\text{mg}}{\text{L}}\right) \times 20 \times 10^{-3} \text{L}}{1,0051 \times 10^{-3} \text{ Kg}}$$

$$= 10,745 \text{ mg/Kg}$$

2.8 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Masing-Masing Spesies

1. Kadar Terbaca Instrumen

Sampel Sayur Sawi	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) (mg/L)		
	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
Sawi Hijau	0,39	0,46	0,44
Sawi Putih	0,51	0,49	0,49

2. Kadar Sebenarnya

Sampel Sayur Sawi	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) (mg/L)		
	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
Sawi Hijau	7,800	9,162	8,708
Sawi Putih	9,852	9,728	9,735

a. Sawi Hijau

$$H1 = \frac{\left(0,39 \frac{mg}{L}\right) \times 20 \times 10^{-3} L}{1 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 7,8 \text{ mg/Kg}$$

$$H2 = \frac{\left(0,46 \frac{mg}{L}\right) \times 20 \times 10^{-3} L}{1,0041 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 9,162 \text{ mg/Kg}$$

$$H3 = \frac{\left(0,44 \frac{mg}{L}\right) \times 20 \times 10^{-3} L}{1,0105 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 8,708 \text{ mg/Kg}$$

b. Sawi Putih

$$P1 = \frac{\left(0,51 \frac{mg}{L}\right) \times 20 \times 10^{-3} L}{1,0353 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 9,852 \text{ mg/Kg}$$

$$P2 = \frac{\left(0,49 \frac{mg}{L}\right) \times 20 \times 10^{-3} L}{1,0073 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 9,728 \text{ mg/Kg}$$

$$P3 = \frac{\left(0,49 \frac{mg}{L}\right) \times 20 \times 10^{-3} L}{1,0066 \times 10^{-3} Kg}$$

$$= 9,735 \text{ mg/Kg}$$

Lampiran 4. Dokumentasi



Sampel Sawi Hijau



Sampel Sawi Putih



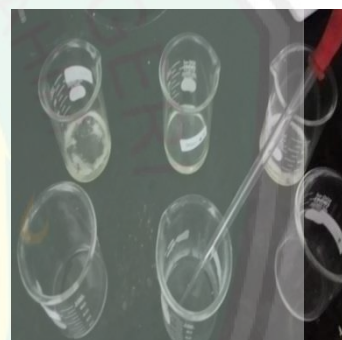
Preparasi Sampel Sawi Hijau



Preparasi Sampel Sawi Putih



Proses Penimbangan



Penambahan Zat Pendestruksi



Proses Destruksi Terbuka



Proses Destruksi Tertutup



Proses Penyaringan



Larutan Hasil Destrksi Basah
Terbuka



Proses Analisis
Secara AAS

Lampiran 5. Hasil Kadar Timbal (Pb) dari SSA

Destruksi Basah Terbuka

Variasi	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1 ; 1	0,78 mg/L	0,69 mg/L	0,68 mg/L
1 ; 3	0,44 mg/L	0,44 mg/L	0,41 mg/L
1 ; 5	0,35 mg/L	0,31 mg/L	0,44 mg/L
1 ; 8	0,23 mg/L	0,22 mg/L	0,22 mg/L
HNO ₃	0,32 mg/L	0,43 mg/L	0,35 mg/L

Destruksi Basah Tertutup (Refluks)

Variasi	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1 ; 1	0,60 mg/L	0,61 mg/L	0,67 mg/L
1 ; 3	0,45 mg/L	0,44 mg/L	0,45 mg/L
1 ; 5	0,49 mg/L	0,48 mg/L	0,39 mg/L
1 ; 8	0,49 mg/L	0,54 mg/L	0,54 mg/L
HNO ₃	0,43 mg/L	0,43 mg/L	0,41 mg/L

Hasil Masing- Masing Sampel

Jenis	Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
Sawi Hijau	0,39 mg/L	0,46 mg/L	0,44 mg/L
Sawi Putih	0,51 mg/L	0,49 mg/L	0,49 mg/L