ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA PERMEN BERKEMASAN SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) DENGAN VARIASI LARUTAN PENDESTRUKSI

SKRIPSI

Oleh :

Siti Nurul Afifah
NIM. 10630055

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI (SAINTEK)
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)
MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG

2014

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA PERMEN BERKEMASAN SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) DENGAN VARIASI LARUTAN PENDESTRUKSI

SKRIPSI

Diajukan Kepada:

Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam

Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S. Si)

Oleh :

Siti Nurul Afifah

NIM. 10630055

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI (SAINTEK)

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI (UIN)

MAULANA MALIK IBRAHIM

MALANG

2014

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Siti Nurul Afifah

NIM : 10630055

Fakultas / Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : Analisis Kadar Timbal (Pb) Pada Permen Berkemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Dengan Variasi Larutan Pendestruksi

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa hasil penelitian saya ini benar-benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambil alihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali yang tertulis dalam naskah ini dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka.

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

Malang, Agustus 2014

Yang Membuat Pernyataan,

Materai Rp. 6.000,-

Siti Nurul Afifah

NIM. 10630055

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) DALAM PERMEN BERKEMASAN SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) DENGAN VARIASI LARUTAN PENDESTRUKSI

SKRIPSI

Oleh:
SITI NURUL AFIFAH
10630055

Telah disetujui oleh:

1. Pembimbing I : Diana Candra Dewi, M. Si
   NIP. 19770720 200312 2 001 (……)

2. Pembimbing II : A. Ghanaim Fasya, M.Si.
   NIP. 19820616 200604 1 002 (……)

3. Konsultan : Rachmawati Ningsih, M.Si.
   NIP. 198 10811 200801 2 010 (……)

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains danTeknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ANALISIS KADAR TIMBAL (Pb) PADA PERMEN BERKEMASAN SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) DENGAN VARIASI LARUTAN PENDESTRUKSI

SKRIPSI

Oleh:

Siti Nurul Afifah

NIM. 10630055

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi

dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu

Persyaratan untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S. Si)

Tanggal 12 September 2014

Susunan Dewan Penguji :		Tanda Tangan
1. Penguji Utama	: Eny Yulianti, M. Si NIP. 19760611 200501 2006	(.....)
2. Ketua Penguji	: Nur Aini, M. Si. NIPT. 2013091022316	(.....)
3. Sekretaris Penguji	: Diana Candra Dewi, M. Si NIP. 19770720 200312 2 001	(.....)
4. Anggota Penguji	: A. Ghanaim Fasya, M.Si. NIP. 19820616 200604 1 002	(.....)

Mengetahui dan Mengesahkan
Ketua Jurusan Kimia
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang

Elok Kamilah Hayati, M. Si
NIP. 19790620 200604 1 003

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

PERSEMBAHAN:

Dengan ketulusan hati yang paling dalam, karya kecil ini kupersembahkan pada:

UmmiQ Hj. Damiati, S.E. dan AbiQ KH. Shaim Syafi'i tercinta, yang telah melahirkan, membimbing, membesarkan, menyayangi, mendidik, menasehati, memotivasi, yang selalu ada di saat aku rapuh, dan selalu memberikan do'a di setiap hela nafasku. Jasamu tiada tara.

Kelima adik-adikQ tersayang:

1. *Muhammad Shalakhuddin Al-Ayyubi*
2. *Muhammad Hasyim Asy'ari*
3. *Muhammad Fachruddin Arrozaqi*
4. *Halimatus Sa'diyah*
5. *Shafiyah Ammatullah*

Atas segala dukungan dan do'a serta cinta adik2Q tersayang...

"Calon Imam-Q"
Seseorang yang akan selalu mendampingiku, memotivasiku dan membimbingku menuju Jalan Indahnya Surga Illahi Rabbi...

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

UCAPAN TERIMA KASIH

Ibu **Diana Candra Dewi, M.Si.** Selaku Dosen Pembimbing Utama yang selalu mengarahkan perjalananku serta memberikan spirit motivasi dalam menyusun skripsi dan Ibu **Rachmawati Ningsih, M.Si.** selaku Dosen Wali dan Dosen Pembimbing I yang selalu menuntun serta memotivasiku untuk tetap semangat dalam meraih cita-cita serta menyelesaikan skripsi.

Ibu **Eny Yulianty, M.Si.** selaku Penguji Utama dan Ibu **Nur Aini, M. Si.** Selaku Penguji I yang telah meluangkan waktunya untuk menguji serta membimbingku untuk terus belajar dan meraih cita-cita.

Bapak **A. Ghanaim Fasya, M. Si.** Selaku Dosen Pembimbing Agama yang tak pernah bosan dalam mengajari, membimbing dan mengarahkan dalam menyusun karya tulis ini.

Beserta **seluruh dosen Kimia** UIN Maliki Malang:

"Terima Kasih atas segala ilmu yang telah engkau berikan, semoga ilmu yang engkau berikan padaku dapat bermanfaat untuk dunia dan akhiratku "

Sahabat-sahabatQ tercinta: "**The Chemical Inorganic Analytic's Group for 2010th** "

Eny Rahmawati; Faiqotuzzaqiyah; A. Dzulfahmi Abror; Muhammad Amien; Herman; dan Aan Sanusi. Terima kasih atas semangat dan kerja samanya selama ini. Memori indah, keceriaan, serta pahit yang kita ukir bersama dalam sebuah penelitian.

Segenap **staff Laboran Kimia UIN MALIKI MALANG**: Mas A. Taufiq S.Si, Mas A. AlAyyub S.Si., Mbak Rika S.Si., Mbak Susi S.Si., Mbak Mei; S.Si. terima kasih atas segala bantuannya.

Serta **semua teman-teman Kimia Angkatan 2010** : Terima Kasih atas segala motivasinya. Segala pengalaman belajar selama 4 tahun di UIN MALIKI UIN MALANG terasa indah dan sulit terlupakan. Kita masuk bersama-sama di tahun 2010 dan lulus bersama pula di tahun 2014 ini.

Siti Nurul Afifah (10630055)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

MOTTO :

I asked for strength..., And Allah gave me difficulties to make me strong.
I asked for wisdom...., And Allah gave me problem to solve.
I asked for prosperity..., And Allah gave me brain and brawn to work.
I asked for sourage..., And Allah gave me danger to overcome.
I asked for love..., And allah give me troubled people to help.
I asked for favors..., And Allah gave me opportunities.

Anda bisa saja kuat secara fisik, cerdas secara intelektual, dan dewasa secara emosional. Tetapi jika Anda lemah secara spiritual, maka Anda tidak akan pernah bisa melampaui krisis kehidupan Anda.

Jangan terlalu takut dan ragu-ragu tentang tindakan Anda. Hidup itu adalah eksperimen, Semakin banyak eksperimen yang Anda lakukan, semkain besar besar peluang menemukan kebaikan (Ralph Waldo Emerson).

When I think of giving up, I always remember, Allah will not give trials beyond my ability, Allah was just testing my patience, I deeply believe, sometimes Allah gave me nothing I wanted
But Allah always gave me everything I need, at last, present and future
.....Thank You Allah.....

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

KATA PENGANTAR

بِسْمِ ٱللَّهِ ٱلرَّحْمَٰنِ ٱلرَّحِيمِ

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya kepada penulis atas terselesaikannya Laporan Hasil Penelitian ini yang berjudul: "Analisis Kadar Timbal (Pb) Pada Permen Berkemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Dengan Variasi Larutan Pendestruksi". Skripsi ini merupakan salah satu syarat menyelesaikan program S-1 (Strata-1) di Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Seiring terselesaikannya penyusunan skripsi ini, dengan penuh kesungguhan dan kerendahan hati, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Ibu Diana Candra Dewi, M. Si, selaku Pembimbing I.
2. Ibu Rachmawatiningsih, M. Si, selaku Konsultan.
3. Bapak A. Ghanaim Fasya, M. Si, selaku Pembimbing Agama
4. Ibu Eny Yulianti, M. Si, selaku Penguji Utama.
5. Ibu Nur Aini, M. Si, selaku Penguji II.

Yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat serta bantuan materiil kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.

Penulisan laporan ini tidak luput dari bantuan semua pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis menghaturkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada:

1. Ibu Hj. Damiati, S.E. dan Bapak KH. Shaim Syafi'i yang senantiasa mendo'akan dan memberi dukungan dalam segala bentuk yang tak mungkin terbalaskan. Di manapun engkau berada, semoga penulis dapat mengemban amanah menjadi anak yang shalihah.
2. Bapak Prof. Dr. H. Mudjia Rahardjo, M. Si. Selaku rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang, yang telah banyak memberikan pengetahuan dan pengalaman yang berharga.
3. Bapak Dr.drh. Hj. Bayyinatul Muchtaromah, M.Si. selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia, UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan arahan dan nasehat kepada penulis.
5. Para Dosen Pengajar di Jurusan Kimia yang telah memberikan bimbingan dan membagi ilmunya kepada penulis selama berada di UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Seluruh staf Laboratorium dan Administrasi Jurusan Kimia atas seluruh bantuan dan sumbangan pemikiran selama penyelesaian skripsi ini.
7. Seluruh keluarga di Malang yang selalu mendo'akan dan memberikan dukungannya kepada penulis.
8. Teman-teman angkatan 2010, khususnya Eny rahmawati, Faiqotuzzaqiyah, Herman, A. Dzulfahmi Abror, Muhammad Amien, dan Aan Sanusi yang telah berbagi kebersamaannya selama ini dalam senang maupun susah. semoga hasil penelitian kita dapat bermanfaat untuk masyarakat. Tetap semangat!!!
9. Teman-teman di HMJ Kimia maupun rekan-rekan Jurusan Kimia dari angkatan 2010 sampai sekarang yang telah memberikan motivasi dan masukan kepada penulis.
10. Semua rekan-rekan dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam skripsi ini. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi penyempurnaan skripsi ini. Akhir kata, penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi kita semua.

Malang, 10 Agustus 2014

Penulis

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN ..... **i**

LEMBAR PERNYATAAN ORISINALITAS ..... **ii**

DAFTAR ISI ..... **iii**

BAB I PENDAHULUAN

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

2.1 Permen 9
2.2 Bahan – Bahan Pembuatan Permen 10
2.3 Proses Pembuatan *Hard Candy* 11
2.4 Kemasan Pangan 13
2.4.1 Fungsi Suatu Kemasan 13
2.4.2 Kemasan Plastik PVC 13
2.4.3 Migrasi Plastik ke Dalam Bahan Pangan 16
2.5 ..... Logam Berat Timbal (Pb) 18
2.6 ..... Keracunan Logam Timbal (Pb) 19
2.7 ..... Batas Cemaran Logam Timbal (Pb) pada Permen 20
2.8 ..... Metode Destruksi 21
2.8.1 Metode Destruksi Kering 22
2.8.2 Metode Destruksi Basah 22
2.9 Analisis Timbal (Pb) pada Berbagai Jenis Makanan 27
2.10 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) 32
2.10.1 Pengertian Spektrofotometer Serapan Atom 32
2.10.2 Prinsip Kerja Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) 33
2.10.3 Keuntungan dan Kelemahan Metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) 35
2.11 Validasi Metode 35
2.12 Konsep *Halalan Thayyiban* dalam Makanan 38
2.12.1 Pengertian *Halal* 39
2.12.2 Pengertian *Thayyib* 40
2.12.3 Makanan yang *Halal* dan *Thayyib* 41

BAB III METODE PENELITIAN

3.1..... Waktu Penelitian dan Tempat Penelitian 43
3.2..... Jenis Penelitian 43
3.3..... Alat dan Bahan Penelitian 43
3.3.1 Alat 43

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.3.2 Bahan 44
3.4..... Tahapan Penelitian 44
3.5..... Pelaksanaan Penelitian 44
3.5.1 Pengaturan Alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) 44
3.5.2.....Pr eparasi Sampel Campuran 45
3.5.3.....Pe mbuatan Kurva Standar Pb 45
3.5.4.....Pe nentuan Oksidator Terbaik Menggunakan Destruksi Basah Variasi Pelarut 47
3.5.5.....Pe nentuan Stabilitas Pb dalam Sampel 47
3.5.6.....An alisa Kadar Logam Pb dalam Permen dengan Menggunakan Larutan Pendestruksi dan Waktu Kestabilan Terbaik 48
3.5.7 Penentuan Konsentrasi Logam Sebenarnya 48

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN
4.1.....Pe milihan Sampel 58
4.2.....Pe ngaturan alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) 59
4.3.....Pr eparasi Sampel 63
4.4.....Pe mbuatan Kurva Stadar Timbal (Pb) 64
4.5.....Pe nentuan Oksidator Terbaik Menggunakan Destruksi Basah Variasi Pelarut 68
4.6.....Pe nentuan Stabilitas Larutan Sampel dengan Asam Oksidator Terbaik 76
4.7.....Pe nentuan kadar Timbal (Pb) dalam Masing-Masing Sampel Hard Candy 81
4.8.....Ka jian Hasil Penelitian tentang Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam 87

BAB V PENUTUP
5.1 Kesimpulan 93
5.2 Saran 94

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA 95

LAMPIRAN 98

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Syarat Mutu Film PVC untuk Kemasan Kembang Gula 15
Tabel 2.2 SNI Hard Candy 20
Tabel 2.3 Panjang Gelombang Optimum Untuk Timbal (Pb) 32
Tabel 3.2 Tabel Volume Perbandingan Zat Pendestruksi 47
Tabel 4.1 Sampel dengan variasi Cita Rasa 59
Tabel 4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA) untuk Analisis Timbal (Pb) 60
Tabel 4.3 Konsentrasi Timbal (Pb) pada Penentuan Oksidator Terbaik.....68
Tabel 4.4 Hasil Analisis Uji Annova Pada Penentuan Waktu Kestabilan 82
Tabel 4.5 Hasil Analisis Kadar Timbal (Pb) dalam Masing-Masing Sampel 83

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Produk Permen 9
Gambar 2.2 Struktur Kimia Polivinilklorida (PVC) 13
Gambar 2.3 Dugaan Struktur Molekul Sukrosa pada Permen yang Tercemar oleh Logam Timbal (Pb) dan Dilakukan Destruksi Basah 23
Gambar 2.4 Pembentukan Ikatan antara Logam dengan Matriks 24
Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Timbal (Pb) 65
Gambar 4.2 Dugaan Struktur Molekul Sukrosa pada Permen yang Tercemar oleh Logam Timbal (Pb) dan dilakukan Destruksi Basah 69

Gambar 4.3 Pembentukan Ikatan antara Logam dengan Matriks 69
Gambar 4.4 Grafik Kestabilan dan Kereaktifan Asam Nitrat Pekat dengan Asam Peroksida Pekat 71
Gambar 4.5 Grafik Rerata Konsentrasi pada Uji nVariasi Pelarut Terbaik dengan Mean Plot 75
Gambar 4.6 Grafik Pengaruh Kestabilan dengan Rerata kadar Logam Timbal (Pb).....77
Gambar 4.7 Rerata Kadar Timbal (Pb) dalam Sampel Hard Candy 83
Gambar 4.8 Pengikatan Ion Pb^{2+} dengan Ligan Pada Senyawa Pengikat Logam.86

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PERSAMAAN

Persamaan 2.1 Reaksi Logam Timbal (Pb) dengan Asam Nitrat 17
Persamaan 2.2 Reaksi Persamaan Pembentukan Ion Tetrakloroplumbat(II) 18
Persamaan 2.3 Reaksi Pembentukan Timbal Hidroksida 18
Persamaan 2.4 Reaksi Asam Klorida dengan Asam Nitrat 26
Persamaan 2.5 Reaksi Asam Nitrat dan Asam Sulfat dengan Timbal (Pb) 26
Persamaan 2.6 Reaksi Asam Sulfat, Asam Nitrat, dan Asam Peroksida dengan Timbal (Pb) 27
Persamaan 2. 7 Hukum Lambert – Beer 33
Persamaan 2. 8 Hubungan Intensitas dengan Transmitan 33
Persamaan 3.9 Penentuan Nilai LOQ 35
Persamaan 3.10 Penentuan Nilai LOD 35
Persamaan 3.11 Penentuan Standar Deviasi (SD) 35
Persamaan 3.12 Penentuan Nilai Akurasi 36
Persamaan 4.1 Reaksi Timbal (Pb) dengan Asam Nitrat Pekat 70
Persamaan 4.2 Reaksi Timbal (Pb) dengan Asam Nitrat Pekat dengan Asam Sulfat Pekat 70
Persamaan 4.3 Reaksi Pembentukan Ion Timbal (Pb^{2+}) 70
Persamaan 4.4 Reaksi Timbal (Pb) dengan Asam Nitrat Pekat dengan Asam Sulfat Pekat dan Asam Peroksida Pekat 71
Persamaan 4.5 Penentuan Kadar Logam Sebenarnya 82
Persamaan 4.6 Pengikatan Logam 86

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir ..... .98
Lampiran 2 Perhitungan.....102
Lampiran 3 Analisis Data SPSS 20.....118
Lampiran 4 Dokumentasi 127

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRAK

Afifah, Siti Nurul. 2014. **Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Permen Berkemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan Variasi Larutan Pendestruksi**, Skripsi, Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang, Pembimbing: (1) Diana Candra Dewi, M.Si. (II) A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Kata kunci : Timbal (Pb), Permen Berkemasan, Destruksi, Variasi Larutan Pendestruksi, Waktu Kestabilan; Spektroskopi Serapan Atom (SSA).

Allah berfirman dalam al Qur'an Surat al Ma'idah ayat 88 yang menjelaskan tentang anjuran makanan *Halalan Thayyiban*. Permen merupakan makanan yang banyak digemari oleh semua kalangan. Dalam permen berkemasan dapat mengandung timbal (Pb) dikarenakan oleh beberapa faktor; diantaranya adalah faktor bahan baku pembuatan permen yang telah mengandung timbal (Pb), faktor media produksi permen yang berbasis logam dengan proses pemanasan, faktor kemasan permen yang mengandung timbal (Pb); serta faktor zat aditif dalam permen.

Penelitian ini meliputi penentuan variasi larutan pendestruksi terbaik antara HNO_3 p.a. (30 mL); HNO_3 : H_2SO_4 (30 mL) perbandingan 3:1 serta HNO_3 : H_2SO_4 : H_2O_2 (30 mL) perbandingan 3:2:1 lalu dilanjutkan dengan uji *One Way Annova*. Penentuan waktu kestabilan logam terbaik dalam sampel larutan pada hari ke-0; 1; 3; 7 dan hari ke-15. Penentuan kadar timbal (Pb) pada masing-masing sampel *hard candy* dan uji kesesuaian kadar dengan SNI *hard candy*.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada variasi larutan pendestruksi terbaik adalah HNO_3 dan H_2SO_4 (3:1) dengan nilai rerata konsentrasi yang paling tinggi yaitu 21,35 mg/kg. Hasil Uji *Annova* adalah F hitung (10215) > F tabel (5,14) yang menunjukkan adanya perbedaan yang siginifikan antara ketiga variasi larutan pendestruksi. Waktu kestabilan diperoleh berdasarkan Uji *Annova* pada hari ke-3 menuju hari ke-7 dengan hipotesis Ho-nya diterima dengan F hitung (0,455) < F tabel (7,71). Kadar timbal (Pb) yang ditemukan pada kelima sampel permen berkisar antara 25,3 mg/kg hingga 26,8 mg/kg. Berdasarkan acuan Sandar Nasional Indonesia (SNI) No. 3547.1:2008 bahwa kelima sampel permen tersebut tidak layak untuk dikonsumsi karena melebihi nilai ambang batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) yaitu 2,0 mg/kg.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ABSTRACT

Afifah, Siti Nurul. 2014**. The Analysis of Metal Levels of Lead (Pb) in Sachet Candies By Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) with Variations of Destruction Solution**. Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology of The State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Advisors: (I) Diana Candra Dewi, M.Si. (II) A. Ghanaim Fasya, M.Si.

Keywords: *Lead (Pb), Sachet Candies, destruction, Variations of Destruction Solution, Time Stability; Atomic Absorption Spectrophotometric (AAS).*

Allah says in the Holy Qur'an Surat Al Ma'idah verse 88 which describes the organized food *"HalalanThayyiban"*. Candy is an abundance of food preferred by all circles. In Sachet Candies may contain lead (Pb) due to several factors; between materials of which are factors that have been making candy contains lead (Pb), factor-based media production candy metal heating process, factors candy packaging containing lead (Pb); and additives in candy factor.

This research includes the determination of the variation between the best solution of HNO_3 p.a. (30 mL); HNO_3 : H_2SO_4 (30 mL) ratio of 3: 1 and HNO_3 : H_2SO_4 : H_2O_2 (30 mL) ratio of 3: 2: 1 and then proceed to test *One Way Annova*. The timing of the stability of the best metal in the sample solution on day 0; 1; 3; 7th and 15th day. Determination of lead (Pb) in each sample of hard candy and test compatibility with the rate of SNI hard candy.

The results showed that best variations of destruction solution is HNO_3 and H_2SO_4 (3:1) with a mean value of the highest concentration is 21,35 mg / kg. Assay results were calculated F *Anova* (10215)> F table (5.14) which indicates a significant difference between the three variations of destruction solution. Time stability is obtained based on the *Annova* Test day 3 day 7 headed by Ho hypothesis is accepted with the calculated F (0.455) <F table (7.71). Levels of lead (Pb) were found in five samples of sweets ranging from 25,3 mg / kg to 26,8 mg / kg. Based on Indonesian national standards reference (SNI) No. 3547.1: 2008 that five samples of candy is not suitable for consumption because it exceeds the maximum threshold value of metal contamination of lead (Pb) is 2.0 mg / kg.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ملخص البحث

العفيفة، ستي نور. 2014،**تحليل المعادن مستويات من الرصاص (الرصاص) في الحلوي التغليفي بواسطة الإمتصاص الذري مع وجود اختلافات الحل الدماري**، أطروحة، قسم الكيمياء بكلية العلوم والتكنولوجيا، لجامعة الدولة الإسلامية، مولانا مالك إبراهيم مالانج.

المشرف: (١) ديانا تجاندرا ديوي ال مجيستير (٢) أ. غنايم فاشا، ال مجيستير

الكلمات الرئيسية: الرصاص (pb) و الحلوى التغليفي و الدمار و اختلافات الحل الدماري واستقرار الوقت و مطياف الامتصاص الذري.

قال الله تعالى في القرآن الكريم، السورة المائدة الآية ٨٨ الذي يصف الأغذية الموصى بها "حلالا طيّبا". الحلوى هي المواد الغذائية التي يتم محبوبا من قبل جميع الدوائر. في الحلوى التغليفي قد تحتوي على الرصاص(pb) نظرا لعدة عوامل؛ بما في ذلك عامل من المواد الخام لصنع الحلويات التي تحتوي على الرصاص (pb)، وسائل الإعلام إنتاج الحلوى على أساس عامل مع عملية تسخين المعادن، وعوامل التعبئة و تغليف الحلوى المحتوية على الرصاص (pb). و المواد المضافة في عامل الحلوى.

وتشمل هذا البحث صنع منحنى معايرة حلول القياسية من الرصاص (pb). تقرير من التباين بين أفضل حل من حمض النتريك و (٣٠ مل). كبر يتيد الهيدروجين و بيروكسيد الهيدروجين (٣٠مل) نسبة٣ :١ و حمض النتريك و كبر يتيد الهيدروجين و بيروكسيد الهيدروجين(٣٠ مل) نسبة ١:٢:٣ثم تليها بطريقة *"One Way Anova"* . توقيت الاستقرار من أفضل المعادن في محلول العينة في اليوم , ٧،٣،١واليوم ١٥. تحديد مستويات الرصاص (pb) في كل العينة و اختبار مدى ملاءمة الحلوى الصلبة مع مستويات الأندونيسية الوطنية الموحدة (SNI) من الحلوى الصلبة.

وأظهرت النتائج أن معيار لمنحنى أفضل اختلافات الحل الدماري هو حمض النتريك و كبر يتيد الهيدروجين (3: 1) مع القيمة المتوسطة (٥,٤١) مما F> الجدول (١٠٢١٥) F Anova. تم حساب نتائج الفحصة kg/mg هو٣٥, ٢١, التركيز و هو أعلى اختبار Annovaيشير إلى وجود الفرق الكبيرة بين اختلافات الحل الدماري الثلاثة. يتم الحصول على استقرار الوقت على أساس الجدول (٧,١٧). تم العثور على مستويات من الرصاص F المحسوبة (٠,١٤) < F فرضية مقبولة مع Ho يوم ٣ يوم ٧يرأسها . بناء على إشارة الإندونيسية الوطنية الموحدة kg/mg) في خمس عينات من الحلويات التي تتراوح بين ٢٥ ملغ / كغ إلى٦ ٢ pb رقم ١ – ٣٥٤٧–٢٠٠٨ أن خمس عينات من الحلوى ليست مناسبة للاستهلاك، لأنها تتجاوز قيمة العتبة القصوى)SNI (kg/mg) هي ٢,٠ pbللتلوث معدني من الرصاص

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Pandangan masyarakat Indonesia terhadap makanan selama ini cenderung memprihatikan, khususnya pada segi kehalalan dan gizinya. Dalam Islam al Qur'an telah memberikan konsep makanan seimbang yaitu: "*Halalan Thayyiban*" sebagaimana telah disebutkan dalam al Qur'an Surat al Maa'idah : 88 yaitu:

وَكُلُوا۟ مِمَّا رَزَقَكُمُ ٱللَّهُ حَلَٰلًا طَيِّبًا ۖ وَٱتَّقُوا۟ ٱللَّهَ ٱلَّذِىٓ أَنتُم بِهِۦ مُؤْمِنُونَ ﴿٨٨﴾

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

Ayat di atas berisi seruan agar kita memilih makanan yang halal dan baik. Halal dan baik mempunyai makna halal dan baik pada proses pencariannya, halal dan baik pada bahan-bahan yang digunakan seperti penambahan zat aditif atau zat-zat kimia, halal dan baik pada proses produksi makanan tersebut seperti tidak adanya cemaran logam berat timbal (Pb) pada suatu permen. Allah SWT menghalalkan semua makanan yang mengandung manfaat, begitupula sebaliknya jika mengandung banyak mudharatnya bagi jiwa maupun raga, dan individu maupun masyarakat atau yang sudah jelas dilarang dalam al Qur'an dan hadits makan menjadi haram hukumnya.

Pada umumnya orang mengkonsumsi permen dengan maksud untuk memperoleh gizi makanan tersebut. Mereka mengkonsumsi karena menyukai

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

permen dan produk-produk sejenisnya sebagai *fun food* dan *snack food*. Karena produk-produk permen menyenangkan untuk dikonsumsi, tidak jarang orang mengkonsumsi dalam jumlah yang banyak sebagai penunda rasa lapar.

Kembang gula atau permen adalah jenis makanan selingan yang berbentuk padat, dibuat dari gula atau campuran gula dengan pemanis lainnya, dengan atau tanpa penambahan bahan pangan lain dan bahan tambahan pangan (BTP) yang diizinkan. Bahan tambahan lain yang biasanya dipakai antara lain asam sitrat, asam laktat, asam tartat, *flavour*, susu, coklat dan sebagainya (SNI No. 01-3547-1994).

Produk kembang gula (permen) ini diklasifikasikan menjadi dua macam, yaitu kembang gula yang bersifat keras dan kembang gula yang bersifat lunak. Kembang gula yang bersifat keras *(hard candy)* adalah jenis makanan selingan yang berbentuk padat, dibuat dari gula atau campuran gula dengan pemanis lain, dengan atau tanpa penambahan bahan pangan lain dan bahan tambahan pangan (BTP) yang diijinkan, bertekstur keras, tidak menjadi lunak jika dikunyah (SNI No. 3547.1:2008).

Pada permen dapat mengandung cemaran logam berat timbal (Pb) karena beberapa faktor, diantaranya yaitu: Pertama, dilihat dari faktor bahan dasar pembuatan permen (kembang gula) yang berbahan dasar gula pasir, air, serta sukrosa yang telah terkontaminasi oleh logam timbal (Pb). Gula pasir di Indonesia memiliki standar SNI No. 3547.1:2008 tentang syarat mutu gula dengan kriteria uji cemaran logam timbal (Pb) maksimal 2,0 mg/kg. Keberadaan logam berat timbal (Pb) pada air yang digunakan sebagai salah satu bahan dasar pembuatan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

permen adalah maksimal mengandung 0,01 ppm (Carebet, 1997). Kemasan plastik berfilm PVC yang dapat mengakibatkan migrasi dari kemasan menuju permen adalah mengandung logam berat dengan kadar maksimal logam timbal (Pb) adalah 100 ppm (SNI 06-0182-2004). Dalam plastik berfilm PVC yang berwarna hijau dan kuning menggunakan tinta yang berbahan dasar pigmen seperti $PbCrO_4$, $PbSO_4$, dan PbO_2 dengan kadar timbal yang tinggi sehingga dapat mengakibatkan adanya migrasi atom timbal (Pb) selama digunakan sebagai media pengemas *hard candy* (Kim, K.C.2008). Faktor lain penyebab adanya cemaran logam timbal (Pb) dalam permen adalah pada alat dan mesin produksi yang telah mengalami korosi baik yang telah mengalami korosi maupun karena efek dari penambahan zat aditif yang telah mengandung atau mengakibatkan cemaran logam dalam produk permen dapat mengakibatkan terjadinya korosif adalah asam organik, nitrat, *oxidizing agent*, atau bahan pereduksi, penyimpanan, suhu, dan kelembaban.

Telah dilakukan penelitian cemaran logam berat pada 92 produk permen berkemasan plastik berfilm PVC yang dilakukan dengan pelarut HNO_3 dan H_2O_2 dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Telah diketahui pada plastik kemasan permen mengandung cemaran logam timbal (Pb) sebesar 110,3 – 6394,1 mg/kg pada 10 jenis produk permen. Tingginya kadar logam dalam kemasan diiringi juga dengan tingginya kadar logam pada permen itu sendiri. Tingkat cemaran logam Pb sangat tinggi sekali, hal ini dikarenakan faktor kemasan plastik berfilm PVC yang menggunakan pewarna dengan bahan dasar ($PbCrO_4$) khusunya pada kemasan yang berwarna kuning atau hijau dan senyawa – senyawa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

logam seperti timbal ditambahkan dalam polimer PVC sebagai suspensi pada polimer agar plastik PVC bersifat keras dan kuat. Tingginya kadar logam dalam kemasan yang memicu adanya migrasi atom logam dari kemasan menuju produk pangan (Kim,K.C. 2008).

Di India telah dilakukan analisis kandungan kadar logam timbal (Pb), kadmium (Cd), dan nikel (Ni) pada 69 jenis produk cokelat dan permen, yaitu 23 jenis produk makanan yang berbahan dasar cokelat, 22 jenis makanan yang berbahan dasar susu, dan 24 jenis makanan yang berbahan dasar perisa buah dan kembang gula. Dari 69 produk tersebut didapatkan hasil analisis rata-rata kadar logam timbal (Pb) yaitu 0,049-8,04 mg/kg, kadar logam kadmium (Cd) yaitu sebesar 0,001-2,73 mg/kg , dan kadar logam nikel (Ni) yaitu sebesar 0,041-8,29 mg/kg. Analisis ini menggunakan larutan standar $Pb(NO_3)$ untuk analisis logam timbal (Pb), $NiSO_4$ untuk analisis logam nikel (Ni), dan $CdSO_4$ untuk menganalisis logam kadmium (Cd). Proses pemisahannya menggunakan destruksi basah dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat ($HClO_4$) perbandingan 3:1, lalu dianalisis kandungan logamnya dengan Instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (Dahiya,S. 2011).

Penelitian tentang pengaruh variasi asam pendestruksi terhadap kadar logam berat (timbal, tembaga, dan zink) dalam gaplek. Preparasi analisis dilakukan dengan destruksi basah variasi pelarut HNO_3 p.a., H_2SO_4 p.a., dan aqua regia. Kadar logam Pb tertinggi berturut–turut pada pelarut aqua regia, HNO_3 p.a., dan H_2SO_4 p.a. Kadar logam Cu tertinggi berturut-turut dapat diketahui dengan menggunakan pelarut HNO_3 p.a., H_2SO_4 p.a., dan aqua regia. Sedangkan untuk

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

logam Zn kadar logam tertinggi berasal dari asam pendestruksi aqua regia, HNO_3 p.a., dan H_2SO_4 p.a. Dari ketiga asam pendestruksi tersebut terdapat perbedaan antara kadar logam Pb, Cu, dan Zn dalam gaplek yang didestruksi dengan H_2SO_4 p.a., HNO_3 p.a., dan aqua regia (Erawati, 2003).

Penelitian tentang pengaruh jenis asam pendestruksi terhadap kadar logam berat timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dalam ikan secara spektrofotometri variasi pelarut. Telah diketahui bahwa terdapat perbedaan kadar Pb dan Cu yang didestruksi antara HNO_3, HCl, maupun H_2SO_4. Untuk logam Pb kadar tertinggi berturut-turut berasal dari HNO_3, HCl, dan H_2SO_4 sedangkan untuk logam Cu kadar logam tertinggi berturut-turut berasal dari HCl, HNO_3, dan H_2SO_4. Antara ketiga jenis asam pendestruksi tersebut ternyata terdapat perbedaan yang signifikan antara kadar Pb didalam ikan yang didestruksi dengan HCl, HNO_3, dan H_2SO_4 pada taraf 1% dan tidak ada perbedaan yang signifikan antara kadar Cu dalam ikan (Felys, R.D. 2005).

Pada perbandingan hasil pengukuran antara kurva standar dan kurva adisi standar untuk pengukuran kadar logam tembaga (Cu) dalam gula pasir uji kesesuaian yaitu uji t. Dengan hasil t hitung = 1,5 ; t tabel = 12,706. Nilai t hitung < t tabel sehingga Ho diterima. Artinya terdapat kesesuaian secara signifikan antara metode standar dan metode kurva adisi standar untuk pengukuran kadar logam tembaga (Cu) dalam gula pasir (Anisa,D. 2012).

Kandungan logam berat tersebut dapat ditentukan dengan Metode SSA (*Spektrofotometri Serapan Atom*) yaitu salah satu metode analisis yang dapat digunakan untuk mengetahui keberadaan dan kadar logam berat dalam berbagai

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

bahan, namun terlebih dahulu dilakukan tahap pendestruksi sampel. Pada metode destruksi basah dekomposisi sampel dilakukan dengan cara menambahkan pereaksi asam tertentu ke dalam suatu bahan yang dianalisis seperti H_2SO_4, HNO_3, H_2O_2, atau campurannya yang akan mempengaruhi hasil analisis.

Logam timbal merupakan logam yang tahan korosi, mempunyai titik lebur sekitar 327,5 °C, kerapatan yang besar, dan penghantar listrik yang baik. Keberadaan logam timbal (Pb) didalam tubuh maksimal 10 µg/L. Timbal bersifat toksik jika terhirup atau tertelan oleh manusia (Supriyanto, 2009). 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).

Oleh karena itu penelitian terhadap kandungan cemaran logam dalam makanan khususnya permen yang tinggi jumlah konsumennya perlu dilakukan. Karena seiring dengan perkembangan industri makanan maka perhatian terkait kehalalan serta nilai gizi produk makanan harus diperhatikan sehingga kasus keracunan cemaran logam berat khususnya timbal (Pb) dapat terminimalisir.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas maka dapat dirumuskan beberapa permasalahan sebagai berikut :

1. Bagaimanakah pengaruh penggunaan variasi pelarut dalam destruksi basah terhadap konsentrasi terukur pada analisis logam timbal (Pb) menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)?
2. Berapakah waktu kestabilan logam timbal (Pb) pada sampel hasil destruksi basah terhadap konsentrasi terukur yang dianalisis dengan SSA?
3. Apakah kadar cemaran logam timbal (Pb) dalam permen permen keras memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI)?

1.3. Tujuan

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

1. Untuk mengetahui pengaruh penggunaan metode destruksi basah variasi asam pendestruksi pada analisis unsur logam timbal (Pb) menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).
2. Untuk mengetahui waktu kestabilan logam timbal (Pb) pada sampel hasil destruksi basah yang dianalisis dengan SSA.
3. Untuk mengetahui kesesuaian kandungan cemaran logam timbal (Pb) dalam sampel permen keras berdasarkan acuan standar SNI.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1.4. Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang digunakan adalah produk permen keras yang berkemasan plastik berfilm PVC (Polivinil Chlorida) yang banyak digemari dan beredar dikalangan masyarakat dengan cita rasa yang berbeda-beda.
2. Variasi pelarut asam pendestruksi yang digunakan dalam analisis cemaran logam timbal (Pb) dengan destruksi kering dan destruksi basah secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) adalah HNO_3 p.a., HNO_3 p.a. dan H_2SO_4 p.a.; dan HNO_3 p.a.; H_2SO_4 p.a.; dengan H_2O_2 p.a.
3. Pengukuran konsentrasi sampel hasil destruksi untuk mengetahui kestabilan metode dilakukan pada interval hari ke- 0, 1, 3, 7, dan 15 hari.

1.5. Manfaat

Adapun manfaat dari penelitian ini diantaranya yaitu sebagai berikut :

1. Memberikan informasi tentang pengaruh penggunaan variasi pelarut asam pendestruksi dalam metode destruksi basah ini.
2. Memberikan informasi mengenai waktu kestabilan sampel hasil destruksi basah yang dianalisis dengan SSA.
3. Memberi informasi mengenai tingkat kestabilan dan keakuratan penggunaan variasi pelarut dalam destruksi basah.
4. Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai besarnya kadar logam timbal (Pb) dan kesesuaian dengan SNI dalam produk permen keras.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Permen

Permen adalah sejenis gula-gula (*confectionary*) yang dibuat dengan mencairkan gula di dalam air. Perbedaan tingkat pemanasan menentukan jenis permen yang dihasilkan. Suhu panas menghasilkan permen keras, suhu menengah menghasilkan permen lunak, dan suhu dingin menghasilkan permen kenyal.

Gambar 2.1 Produk Permen

Produk permen dibagi menjadi dua macam yaitu *soft candy* dan *hard candy*. *Hard candy* adalah merupakan salah satu permen non-kristalin yang memiliki tekstur keras, penampakan mengkilat dan bening. Bahan utama dalam pembuatan permen jenis ini adalah sukrosa, air dan sirup glukosa. Sedangkan bahan tambahan adalah flavour, pewarna, dan zat pengawet.

Keistimewaan atau kegunaan produk-produk permen ini adalah menyenangkan untuk dimakan serta mempunyai cita rasa yang disukai. Karena

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

mengandung gula yang tinggi, produk-produk permen cepat dicerna dan memberikan sumber atau penyediaan gula darah dan energi yang cepat. Sehingga dapat digunakan sebagai *snack* dan dapat digunakan sebagai penunda lapar.

Dilihat dari komposisinya maka bagian terbanyak dari semua jenis permen adalah sukrosa (gula pasir) dan gula lainnya (glukosa, sukrosa atau gula alkohol). Hal ini diperlukan untuk menghasilkan kemanisan dan keawetan atau daya simpannya. Sehingga dari segi gizi dapat dikatakan bahwa hampir semua jenis permen merupakan sumber energi (kalori). Pembakaran sukrosa atau gula pasir di dalam tubuh memberikan 3.95 kkal per gram. Pencernaran sukrosa di dalam tubuh hanya mempunyai efisiensi 98 persen, karena itu kalori yang dihasilkan untuk tubuh dari 1 gram sukrosa adalah 3,78 kkal. Di samping sebagai sumber energi, permen juga memberikan sejumlah lemak, protein dan mineral bagi tubuh.

2.2 Bahan – Bahan Pembuatan Permen

Sukrosa merupakan salah satu jenis pemanis alami dengan tingkat kemanisan yang paling tinggi. *Sukrosa* (gula pasir) merupakan senyawa kimia yang termasuk golongan karbohidrat, memiliki rasa manis, berwarna putih, bersifat anhydrous, dan larut dalam air (Jackson, 1995). Sukrosa merupakan bahan utama dalam pembuatan permen karena mudah mengalami kristalisasi (Fabri, 1990).

Sirup glukosa adalah larutan gula, tetapi bukan murni glukosa, melainkan campuran dari beberapa gula sederhana seperti yang diambil dari pati. Fungsi utama dari sirup glukosa dalam pembuatan *hard candy* adalah membentuk tekstur permen, untuk mengontrol kristalisasi gula, sehingga dapat dihasilkan permen

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang bening dan pengatur tingkat kemanisan serta meningkatkan *viskositas* dari permen sehingga tidak lengket dan mencegah kerusakan pada permen (Jackson, 1995).

Air dalam pembuatan *hard candy* berguna untuk melarutkan kristal gula pasir. Jumlah air yang digunakan sekitar 20% dari total beban, dan pada produk akhir diharapkan kadar air permen tinggal 0,5% - 1%. Jika air terlalu banyak akan mengurangi stabilitas permen selama penyimpanan karena permen menjadi mudah meleleh (Jackson, 1995).

Bahan-bahan yang ditambahkan pada proses pembuatan permen, yaitu pewarna, perisa, dan asam untuk menarik perhatian dan mempermudah orang untuk mengetahui rasa permen tersebut sedangkan penambahan asam bertujuan untuk memberi rasa asam dan memperkuat perisa untuk jenis perisa buah-buahan yang tidak terlalu asam. Zat pengasam tersebut seperti asam sitrat dan asam laktat. Penambahan pewarna, perisa, dan zat aditif lainnya dilakukan pada tahap akhir untuk mencegah terjadinya penguapan komponen-komponen volatil yang terkandung didalamnya karena pengaruh panas (Jackson, 1995).

2.3 Proses Pembuatan Hard Candy.

Tahap-tahap utama dalam pembuatan permen berkristal adalah sebagai berikut (Koswara, S. 2009):

1. Pelarutan gula secara sempurna
2. Pemekatan larutan gula sampai tingkat yang diinginkan
3. Membuat larutan menjadi lewat jenuh (supersaturated) sampai tingkat yang ditentukan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. Kristalisasi membentuk ukuran kristal yang diinginkan.

Dalam pembuatan permen, gula pasir harus dilarutkan secara sempurna sehingga tidak ada kristal gula yang tertinggal dan membentuk kristal sebelum waktunya (kristal prematur). Oleh karena itu digunakan air secukupnya untuk dapat melarutkan gula pasir dengan pemanasan dan pengadukan (Koswara, S. 2009).

Suhu dimana campuran bahan permen mendidih (titik didih) dapat dijadikan indikator bahwa kepekatan campuran bahan permen telah cukup untuk menghasilkan produk akhir dengan konsistensi yang diinginkan. Permen berkristal dimasak sampai suhu akhir 112 – 116 ^{0}C menghasilkan adonan yang lunak tetapi masih dapat dibentuk (Koswara, S. 2009).

Larutan yang lewat jenuh bersifat labil (labil) karena mengandung zat terlarut yang lebih banyak. Larutan lewat jenuh mempunyai banyak inti kristal, sehingga jumlah molekul gula yang membentuk sebuah partikel kristal sangat sedikit. Dengan demikian kristal yang terbentuk berukuran kecil dan banyak (Koswara, S. 2009).

Tahap akhir dalam pembuatan permen berkristal adalah membentuk kristal sebanyak mungkin dari larutan lewat jenuh. Adanya banyak inti kristal yang terbentuk selama penjenuhan larutan sangat menguntungkan karena memungkinkan banyak kristal terbentuk secara simultan. Pengadukan harus terus dilakukan sampai permen menjadi dingin dan kristalisasi telah terbentuk sempurna, yang ditandai dengan perubahan penampakan akibat pembentukan kristal (Koswara, S. 2009).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

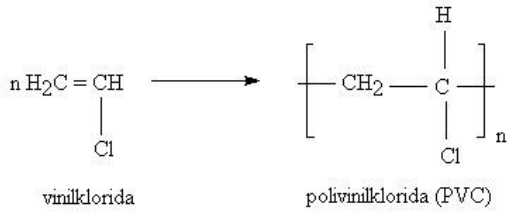
2.4 Kemasan Pangan

Pengertian umum dari kemasan adalah suatu benda yang digunakan untuk wadah atau tempat dan dapat memberikan perlindungan sesuai dengan tujuannya.

2.4.1 Kemasan Plastik PVC

Kemasan fleksibel adalah suatu bentuk kemasan yang bersifat fleksibel yang dibentuk dari aluminium foil, film plastik, selopan, film plastik berlapis logam aluminium (*metalized film*) dan kertas dibuat satu lapis atau lebih dengan atau tanpa bahan thermoplastic maupun bahan perekat lainnya sebagai pengikat ataupun pelapis konstruksi kemasan dapat berbentuk lembaran, kantong, sachet maupun bentuk lainnya (Departemen perindustrian, 2007).

Sifat-sifat umum kemasan PVC (Gambar 2.2) adalah sebagai berikut: tembus pandang, ada juga yang keruh, permeabilitas terhadap uap air dan gas rendah, tahan minyak, alkohol dan pelarut petrolium, sehingga dapat digunakan untuk kemasan, mentega, margarin dan minyak goreng, kekuatan tarik tinggi dan tidak mudah sobek, dipengaruhi oleh hidrokarbon aromatik, keton, aldehida, ester, eter aromatik, anhidrat dan molekul-molekul yang mengandung belerang, nitrogen dan fosfor. Tidak terpengaruh oleh asam dan basa, kecuali asam pengoksidasi, akan tetapi pemlastis akan terhidrolisa oleh asam dan basa pekat. Densitas 1.35-1.4 g/cm^3 (Julianti,E. 2006).



Gambar 2.2 Struktur Kimia Polivinilklorida (PVC)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.4.2 Migrasi Senyawa Kimia Plastik ke Dalam Bahan Pangan

Pada kenyataannya, sewaktu-waktu makanan yang diletakkan dengan sengaja dan mengalami kontak dengan bahan atau material lainnya (senyawa-senyawa asing) yang bukan berasal dari bahan pangan tersebut mengalami proses migrasi senyawa kimia (Syarif,R. 2012).

Faktor yang mempengaruhi migrasi adalah jenis serta konsentrasi bahan kimia yang terkandung, sifat dan komposisi pangan, suhu dan lama kontak serta kualitas bahan kemasan (jika bahan bersifat inert atau tidak mudah bereaksi maka potensi migrasinya kecil dan demikian pula sebaliknya). Seperti halnya pada kemasan plastik berfilm PVC yang mempunyai kadar logam timbal dan kadmium sebesar 100 ppm yang dapat mengakibatkan adanya migrasi unsur timbal dan kadmium ke dalam produk makanan tersebut (Buckle, K.A. 1987).

Unsur-unsur logam berat seperti timbal, kadmium, kromium, merkuri, brom, timah dan antimon ditambahkan ke polimer sebagai pigmen, pengisi, UV-stabilisator, dan lain sebagainya. Unsur logam yang ditambahkan itu tidak berikatan secara kimia dengan molekul plastik melainkan membuat polimer plastik menjadi lebih padat. Timbal, kadmium dan logam berat lannya ditambahkan ke PVC untuk memperkuat dan memperpanjang ketahanan plastik. Logam ini sangat berbahaya bagi kesehatan manusia dan lingkungan. (Piorek,S. 2004). Beradasarkan SNI 06-0182-2004 tentang Film PVC untuk Kemasan Kembang Gula bahwa syarat mutu untuk kemasan kembang gula seperti ditunjukkan pada tabel 2.1.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.1 Syarat Mutu Film PVC untuk Kemasan Kembang Gula (*http://sisni.bsn.go.id/index.php?/sni_main/sni/detail_sni/*)

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Ketahanan sobek	Gf	30 – 40
2	Berat persatuan luas	g/m^2	30 – 40
3	Laju Transmisi a. Uap air (WVTR) b. Oksigen (O_2)	 gr/m^2 / 24 jam gr/m^2 / 24 jam	 Maksimum 20 Maksimum 15
4	Kadar residu VCM	ppm	Maksimum 1,0
5	Logam berat pada plastik (total Pb, Cd)	ppm	Maksimum 100
6	Global migrasi pada 60 ^{0}C selama 30 menit dengan stimulan: a. Aquades b. Etanol 20% c. Asam asetat 4%	ppm	Maksimum 30
7	Total logam berat termigrasi pada stimulan asam asetat 4% (Pb, Cd)	ppm	Maksimum 1,0
8	Reduksi $KMNO_4$	ppm	Maksimum 10
9	Debutyl tin Coumpounds	ppm	Maksimum 100
10	Ester Creesol Asam Fosfat	ppm	Maksimum 1000

Migrasi secara menyeluruh (*global migration*) terjadi dimana keseluruhan dari substansi atau kompenen yang ada (komponen toksik dan komponen non toksik) pada bahan kemasan melalui fase kontak bermigrasi ke dalam makanan atau produk pangan. Sedangkan migrasi secara spesifik atau khusus yaitu terjadinya perpindahan komponen-komponen yang diketahui atau dianggap berpotensi membahayakan kesehatan manusia ke dalam bahan pangan (Syarif, R. 2012).

2.4.3 Migrasi Senyawa Kimia Plastik pada Bahan Pangan Dapat Menimbulkan Keracunan Makanan

Migrasi merupakan perpindahan bahan kimia baik itu polimer, monomer, ataupun katalisator kemasan (contoh formalin dari kemasan atau wadah melamin) kedalam pangan. Migrasi bahan kimia tersebut memberikan dampak berupa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

penurunan kualitas pangan dan keamanan pangan, juga menimbulkan efek terhadap kesehatan. Jumlah senyawa termigrasi pada umumnya tidak diketahui secara pasti, tetapi dapat berpengaruh fatal terutama pada jangka panjang (bersifat kumulatif dan karsinogenik). Migrasi bahan toksik merupakan masalah serius jangka panjang bagi kesehatan konsumen, oleh karena itu diperlukan perhatian khusus dalam pemilihan kemasan pangan. Menyikapi keberadaan jenis bahan kemasan yang mudah berimigrasi kedalam produk pangan, diperlukan kebijakan khusus yang efektif dan mencapai sasaran dalam pemilihan kemasan (Anonymous, 2014).

Saat ini banyak negara yang semakin memberikan perhatian khusus pada keamanan kemasan pangan yang beredar, karena adanya potensi komponen dari kemasan bermigrasi ke dalam pangan. Sebagian komponen kemasan pangan tersebut dapat menimbulkan efek buruk dan membahayakan kesehatan. Komponen berbahaya tersebut dapat berasal dari residu bahan baku (*starting material*) kemasan misalnya monomer, katalis yang digunakan untuk mempercepat laju reaksi, hasil urai bahan dasar dan bahan tambahan yang digunakan dalam proses pembuatan kemasan pangan.

Berbagai negara telah mengeluarkan peraturan terkait keamanan kemasan pangan, misalnya Indonesia mengatur dengan menerbitkan Peraturan Kepala Badan POM tentang Bahan Kemasan Pangan nomor: HK 00.05.55.6497 tahun 2007, sebagaimana telah diubah dengan Peraturan Kepala Badan POM Nomor HK.03.1.23.07.11.6664 tahun 2011 Tentang Pengawasan Kemasan Pangan; Amerika Serikat mengatur kemasan pangan melalui FDA (*Food Drug*

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Administration), dengan mengeluarkan 21 CFR (*Code of Federal Regulations*) *section* 175-178 tahun 1995, yang diperbaharui tahun 2008, CFR ini memuat antara lain jenis plastik beserta batasan migrasinya, spesifikasi dan batas migrasi bahan tambahan, tipe pangan dan kondisi penggunaan, jenis stimulan, waktu dan suhu pengujian; Uni Eropa mengatur kemasan pangan antara lain melalui: *European regulation*/EC No. 1935/2004 *on materials and articles intended to come into contact with food dan Commission Directive* 2002/72/EC *on relating to plastic materials and articles intended to come into contact with foodstuff*, sedangkan di Jepang melalui: *Japanesse food sanitation law* tahun 1989, diatur batas migrasi logam berat, jenis dan batas migrasi kemasan pangan, dan di Malaysia melalui *food regulation* tahun 1985 diatur batas migrasi monomer vinil klorida (VCM) dari kemasan PVC dan logam berat seperti timbal (Pb) dan kadmium (Cd) (Anonymous, 2012).

2.5 Logam Berat Timbal (Pb)

Timbal adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Pb dan nonor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa latin Plumbum. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada tabel periodik unsur kimia. Mempunyai nomor atom (NA) 82 dengan berat atom (BA) 207,2. Logam timbal merupakan logam yang tahan korosi, mempunyai titik lebur rendah sekitar 327,5°C, memiliki kerapatan yang besar, dan sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi, 2004).

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$3Pb_{(s)} + 8HNO_{3\,(aq)} \longrightarrow 3Pb^{2+} + 6\,NO_3^- + 2NO_{(g)} + 4H_2O_{(l)} \text{ .....(II.1)}$$

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

Selain itu timbal juga dapat larut dalam asam klorida pekat atau kalium klorida pekat, sehingga terbentuk ion tetrakloroplumbat (II) (Vogel,1990) :

$$Pb^{2+} + 2Cl^- \longrightarrow PbCl_{2\,(s)}\downarrow \text{ .....(II.2)}$$

$$PbCl_{2\,(s)}\downarrow + 2Cl^- \longrightarrow [PbCl_4]^{2-}$$

Jika endapan dilarutkan dicuci dengan cara dekantasi dan amoniak encer, maka tidak akan terjadi perubahan yang signifikan (perbedaan dari ion merkuri (II) atau ion perak), biasanya perubahan yang terjadi adalah reaksi pertukaran endapan dan terbentuk timbal hidroksida (Vogel, 1990).

$$PbCl_{2\,(s)}\downarrow + 2NH_{3(aq)} + 2H2O_{(l)} \longrightarrow Pb(OH)_{2(s)}\downarrow + 2NH_4^+ + 2Cl^- \text{ .....(II.3)}$$

Timbal adalah logam berat yang terdapat secara alami didalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami. Timbal dalam keseharian lebih dikebal dengan nama timah hitam. Timbal terakumulasi di lingkungan, tidak dapat terurai secara biologis dan toksisitasnya tidak berubah sepanjang waktu. Timbal bersifat toksik jika dihirup atau ditelan oleh manusia dan di dalam tubuh akan beredar mengikuti aliran darah, dioserap kembali di dalam ginjal dan otak, dan disimpan di dalam tulang dan gigi (Cahyadi, 2004).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.6 Keracunan Logam Timbal (Pb)

Logam-logam seperti timah, besi, timbal dan alumunium dalam jumlah yang besar akan bersifat racun dan berbahaya bagi kesehatan manusia. Batas maksimum kandungan logam dalam bahan pangan menurut FAO atau WHO adalah 250 ppm untuk timah dan besi dan 1 ppm untuk timbal. Timbal berada dalam makanan dapat berasal dari wadah dan mesin pengolahan atau dari campuran bahan kemasan. Wadah dan mesin pengolahan yang telah mengalami korosi dapat menyebabkan pencemaran logam ke dalam bahan pangan. Faktor-faktor yang dapat mempengaruhi terjadinya korosif adalah asam organik, nitrat, oxidizing agent, atau bahan pereduksi, penyimpanan, suhu, kelembaban dan ada tidaknya bahan pelapis (enamel). Keracunan yang diakibatkan logam-logam ini dapat berupa keracunan ringan atau berat seperti mual-mual, muntah, pusing dan keluarnya keringat dingin yang berlebihan.

Selain itu bahaya timbal pada balita dan anak anak adalah dapat menyebabkan gangguan belajar, pertumbuhan yang terhambat, hiperaktivitas, gangguan pendengaran, dan mungkin juga terjadi kerusakan pada otak, jika pajanannya besar. Timbal juga terkandung pada pembungkus makanan-makanan yang di konsumsi oleh anak-anak. Bungkus permen yang catnya cukup mencolok dan warna-warni kemungkinan mengandung timbal. Pada saat anak memegang bungkus tersebut, membukanya dan memasukkan permen dalam mulutnya, Saat itu timbal masuk ke dalam saluran pencernaan dan perlahan-lahan akan tertimbun dalam tubuh hingga kadar tertentu akan menimbulkan gangguan kesehatan pada

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

anak anak. Termasuk makanan yang dibungkus kertas koran, karena tinta pada koran mengandung timbal.

2.7 Batas Kadar Logam Timbal pada Permen

Logam timbal yang terkandung dalam plastik berfilm PVC ini dapat bermigrasi ke produk permen apabila plastik berfilm PVC tersebut mempunyai kandungan logam timbal (Pb) maksimal sebesar 100 ppm. Hal ini dapat kita ketahui dari Tabel Syarat Uji Mutu Plastik Berfilm PVC untuk kemasan Kembang Gula (Permen) berdasarkan SNI 06-0182-2004.

Menurut SNI No. 3547.1:2008, batas maksimum cemaran logam berat timbal (Pb) pada *hard candy* adalah maksimal 2,0 mg/kg. Sedangkan untuk kembang gula jenis lunak pada kembang gula bukan jelly dan jelly adalah maksimal 2,0 mg/kg (Tabel 2.2).

Tabel 2.2 Tabel SNI No. 3547.1:2008 pada *Hard Candy* (*www.Badan-Standarisasi-Nasional.com).*

No.	Jenis Uji	Satuan	Persyaratan
1	Keadaan Bau Rasa	-	Normal (sesuai label)
2	Kadar air	% fraksi massa	Maksimum 3,5
3	Kadar abu	% fraksi massa	Maksimum 2,0
4	Gula reduksi (dihitung sebagai gula inversi)	% fraksi massa	Maksimum 24
5	Sakarosa	% fraksi massa	Minimum 35
6	**Cemaran logam** Timbal (Pb) Tembaga (Cu) Timah (Sn) Raksa (Hg) Arsen (As)	mg/kg	 Maksimum 2,0 Maksimum 2,0 Maksimum 4,0 Maksimum 0,03 Maksimum 1,0
8	**Cemaran mikroba** Angka lempeng total Bakteri *coliform* *E. Coli*	 koloni/g APM/g Apm/g	 Maksimal $5x10^2$ Maksimal 20 <3

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pada gula pasir dapat mengandung logam timbal (Pb) disebabkan karena air yang digunakan (Suksmaji, 2009). Gula pasir di Indonesia memiliki standar SNI, yaitu maksimal mengandung logam berat Timbal (Pb) sebesar 2 ppm setiap 1 kilogram, sedangkan menurut *Standar Interational Comission Uniform of Sugar Analysis* (ICUMSA) standar maksimal logam timbal (Pb) sebesar 0,5 ppm setiap kilogram. Sedangkan keberadaan logam berat timbal (Pb) pada air yang digunakan sebagai salah satu bahan dasar pembuatan kembang gula (permen) adalah maksimal mengandung 0,01 ppm (Carebet, 1997).

2.8 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).

2.8.1 Metode Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu. Pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800^{o}C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis.

2.8.2 Metode Destruksi Basah

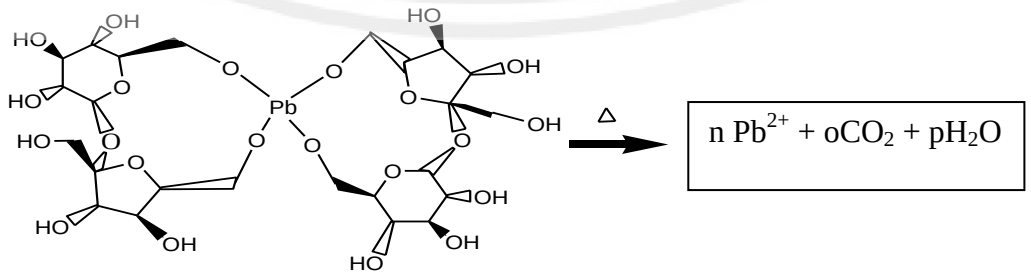
Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

oksidator. Pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat, dan asam klorida. Semua 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 (Raimon, 1993).

Terdapat dua sistem dalam destruksi basah yaitu sistem tertutup dan sistem terbuka. Sistem tertutup reaksi pelarutan dan pemecahan dilakukan dalam wadah tertutup yang lebih aman terhadap penguapan dan pemuaian dari bahan. Sedangkan sistem terbuka yaitu campuran sampel dan reagen asam dipanaskan secara terbuka dengan *hotplate*.

Dugaan struktur molekul sukrosa pada permen berkemasan yang telah tercemar logam timbal (Pb) ketika dilakukan proses destruksi basah, maka akan terbentuk ion Pb^{2+} dengan menghasilkan reaksi samping yaitu berupa gas CO_2 dan gas air sebagaimana reaksi dibawah ini:

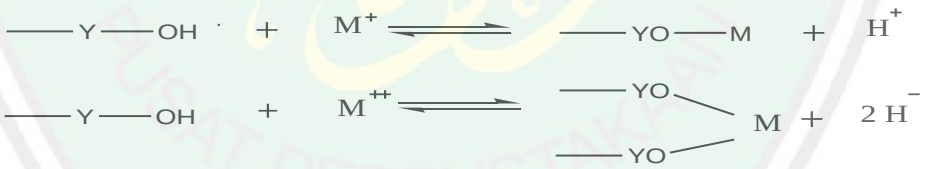


Gambar 2.3 Dugaan Struktur Molekul Sukrosa pada Permen yang Tercemar oleh Logam Timbal (Pb) dan dilakukan Destruksi Basah

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Dugaan dari keberadaan timbal (Pb) dalam permen dapat dilihat dari pendekatan teori VSPER (*Valence Shell Electron Pair Repulsion)*. Umumnya logam Pb lebih stabil dengan bilangan oksida 2+ (Sugiyarto, 2010). Jumlah elektron logam timbal (Pb) yang dapat digunakan untuk berikatan adalah 8 elektron, sedangkan elektron yang digunakan dalam berikatan berjumlah 6, dengan muatan oksida sebesar 2+, maka dapat dihitung dengan nilai bilangan koordinasi Pb sebesar 6 (Effendy, 2010).

Sukrosa adalah suatu disakarida heterogen tersusun unit D-glukosa dan D-fruktosa. Dilihat dari strukturnya, sukrosa mempunyai potensi yang cukup besar untuk terputus atom hidrogennya pada gugus –OH karena pemanasan. Mekanisme pemutusan yang terjadi antara gugus –OH yang terikat pada sukrosa dengan ion logam yang bermuatan positif (kation), dianalogikan sebagai berikut (Basset,J. 1994):



Gambar 2.4 Pembentukan ikatan antara logam dengan matriks

M^{+} dan M^{2+} adalah ion logam, -OH adalah gugus hidroksil dan Y adalah matriks tempat gugus –OH terikat (sukrosa). Interaksi antara gugus –OH dengan gugus ion logam juga memungkinkan melalui mekanisme pembentukan kompleks koordinasi karena atom oksigen (O) pada gugus hidroksil (-OH) mempunyai pasangan elektron bebas, sedangkan ion logam mempunyai orbital *d* kosong. Pada pembentukan kompleks koordinasi, kation ion Pb^{2+} bertindak sebagai ion pusat dan sukrosa sebagai ligan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Contoh yang telah didestruksi, baik destruksi basah maupun kering dianalisis kandungan logamnya. Metode yang digunakaan untuk penentuan logam-logam tersebut yaitu metode Spektrofotometer Serapan Atom (Raimon, 1993). Metode ini digunakan secara luas untuk penentuan kadar unsur logam dalam jumlah kecil atau *trace level* (Kealey,D. 2002).

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

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

Selain hal-hal di atas, 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.

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

1) Asam sulfat pekat sering ditambahkan ke dalam sampel untuk mempercepat terjadinya oksidasi. Asam sulfat pekat merupakan bahan pengoksidasi yang

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

kuat. Meskipun demikian waktu yang diperlukan untuk mendestruksi masih cukup lama.

2) Campuran asam sulfat pekat dengan kalium sulfat pekat dapat dipergunakan untuk mempercepat dekomposisi sampel. Kalium sulfat pekat akan menaikkan titik didih asam sulfat pekat sehingga dapat mempertinggi suhu destruksi sehingga proses destruksi lebih cepat.
3) Campuran asam sulfat pekat dan asam nitrat pekat banyak digunakan untuk mempercepat proses destruksi. Kedua asam ini merupakan oksidator yang kuat. Dengan penambahan oksidator ini akan menurunkan suhu destruksi sampel yaitu pada suhu 350 ^{0}C, dengan demikian komponen yang dapat menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik.
4) Asam perklorat pekat dapat digunakan untuk bahan yang sulit mengalami oksidasi, karena perklorat pekat merupakan oksidator yang sangat kuat. Kelemahan dari perklorat pekat adalah sifat mudah meledak *(explosive)* sehingga cukup berbahaya, dalam penggunaan harus sangat hati-hati.
5) Aqua regia yaitu campuran asam klorida pekat dan asam nitrat pekat dengan perbandingan volume 3:1 mampu melarutkan logam-logam mulia seperti emas dan platina yang tidak larut dalam HCl pekat dan HNO_3 pekat. Reaksi yang terjadi jika 3 volume HCl pekat dicampur dengan 1 volume HNO_3 pekat:

$$3\ HCl_{(aq)} + HNO_{3(aq)} \longrightarrow Cl_{2(g)} + NOCl(g) + 2H_2O_{(l)} \quad \text{.....(II.4)}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Gas klor (Cl_2) dan gas nitrosil klorida (NOCl) inilah yang mengubah logam menjadi senyawa logam klorida dan selanjutnya diubah menjadi kompleks anion yang stabil yang selanjutnya bereaksi lebih lanjut dengan Cl^-.

Aqua Regia merupakan reagen yang sangat reaktif, kekuatan oksidasi HNO_3 dan kompleks Cl^- dari HCl berkerja bersama. Produk reaktif seperti Cl_2 dan NOCl terbentuk, dengan kemampuan oksidasi lebih tinggi dari asam pembentuknya dan dapat melarutkan sebagian besar logam, alloy, sulfida, dan beberapa biji besi (Namik, 2006).

6) Zat pengoksidasi utama adalah nitrat HNO_3 p.a., hal ini dikarenakan sifat timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO_3. Adapun reaksinya adalah sebagai berikut:

$$3\,Pb_{(s)} + 8\,HNO_{3(aq)} \longrightarrow 3Pb^{2+} + 6\,NO_3^- + 2NO_{(g)}\uparrow + 4H_2O_{(l)}$$

7) Adanya tambahan lain seperti H_2SO_4 dan H_2O_2 adalah sebagai katalis untuk mempercepat reaksi terputusnya timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel. Jenis katalis yang digunakan adalah katalis yang mempengaruhi lingkungan sehingga katalis ini tidak ikut bereaksi. Adapun reaksi yang terjadi pada larutan sampel ketika penambahan H_2SO_4 dan H_2O_2 adalah:

a) Reaksi untuk Oksidator HNO_3 dan H_2SO_4

$$3\,Pb_{(s)} + 8\,HNO_{3(aq)} \xrightarrow{H_2SO_4} 3Pb^{2+} + 6\,NO_3^- + 2NO_{(g)}\uparrow + 4H_2O_{(l)} \quad .....(II.5)$$

b) Reaksi untuk oksidator HNO_3, H_2SO_4, dan H_2O_2

$$3\,Pb_{(s)} + 8\,HNO_{3(aq)} \xrightarrow{H_2SO_4,\ H_2O_2} 3Pb^{2+} + 6\,NO_3^- + 2NO_{(g)}\uparrow + 4H_2O_{(l)} \quad .....(II.6)$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.9 Analisis Timbal (Pb) pada Berbagai Jenis Makanan

Analisis timbal (Pb) pada makanan biasanya dilakukan dengan menggunakan SSA (Sepektroskopi Serapan Atom) dengan preparasi sampel destruksi baik basah maupun kering. Berikut beberapa penelitian timbal (Pb) yang menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA) menggunakan destruksi basah.

Sebuah penelitian terhadap cemaran logam berat pada 92 kemasan produk permen yang banyak digemari oleh anak-anak khususnya yang berkemasan plastik berfilm PVC (Polivinil Chlorida). Proses pemisahan logam pada kemasan produk permen tersebut dilakukan dengan menggunkaan metode destruksi microwave dengan penambahan asam yaitu HNO_3 dan H_2O_2. Lalu penentuan konsentrasi cemaran logam berat dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dan dianalisis serta diuji Linearitasnya dengan Kurva Baku (Linearity of Calibration Curves), Tingkat akurasi dan akurasi (Accuracy and Precision) dan dilakukan Uji Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantification (LOQ). Telah didapatkan kesimpulan bahwa dari 92 jenis kemasan produk permen tersebut mengandung kadar logam timbal (Pb) sebesar 110,3 – 6394,1 mg/kg pada 10 jenis kemasan permen. Tingkat cemaran logam Pb sangat tinggi sekali, hal ini dikarenakan kemasan permen tersebut khususnya yang berwarna hijau, kuning, dan merah itu menggunakan tinta pewarna yang berbahan dasar pigmen seperti $PbCrO_4$, $PbSO_4$, dan PbO_2 dengan kadar timbal yang tinggi sehingga dapat mengakibatkan adanya migrasi atom timbal (Pb) selama digunakan sebagai media pengemas *hard candy* (Kim, K.C. 2009).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Kandungan kadar logam Timbal (Pb), Kadmium (Cd), dan Nikel (Ni) pada 69 jenis produk cokelat dan permen, yaitu 23 jenis produk makanan yang berbahan dasar cokelat, 22 jenis makanan yang berbahan dasar susu, dan 24 jenis makanan yang berbahan dasar perisa buah dan kembang gula. Dari 69 produk tersebut didapatkan hasil analisis rata-rata kadar logam timbal (Pb) yaitu 0,049-8,04 mg/kg , cemaran logam kadmium (Cd) yaitu sebesar 0,001-2,73 mg/kg , dan kandungan logam Nikel (Ni) yaitu sebesar 0,041-8,29 mg/kg. Analisis ini menggunakan larutan standar $Pb(NO_3)$ untuk analisis logam timbal (Pb), $NiSO_4$ untuk analisis logam Nikel (Ni), dan $CdSO_4$ untuk menganalisis logam Kadmium (Cd). Proses pemisahannya menggunakan destruksi basah dengan variasi pelarut asam nitrat (HNO_3) dan asam perklorat ($HClO_4$) perbandingan 3:1, lalu dianalisis kandungan logamnya dengan Instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (Dahiya,S. 2011).

Penelitian tentang kandungan timah, seng dan timbal pada sampel susu kental manis kemasan kaleng menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Penelitian ini menggunakan metode destruksi basah dengan bahan pendestruksi HNO_3 p.a. Hasilnya untuk logam Sn pada kesemua sampel tidak terdeteksi (tidak melebihi ambang batas). Kandungan logam Zn untuk semua sampel susu kental manis kemasan kaleng tidak melebihi ambang batas Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 yaitu baik logam Sn maupun Zn sebesar 40 mg/kg. Dan untuk logam Pb pada sampel susu kental manis kemasan kaleng dengan kode KB dan SE memiliki konsentrasi yang melebihi ambang batas yang

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

diperbolehkan menurut S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 yaitu sebesar 0,3 mg/kg (Aziz, 2007).

Telah dilakukan pengujian timbal, tembaga, dan seng pada susu sapi segar yang beredar dikecamatan Jebres kota Surakarta secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Timbal, tembaga, dan seng dalam susu sapi segar dapat mengakibatkan toksisitas apabila kadarnya melebihi persyaratan SNI yaitu untuk kandungan timbal tidak melebihi 0,3 ppm, tembaga tidak melebihi 20,0 mg/kg, dan seng tidak melebihi 0,5 ppm. Sampel diambil secara acak. Hasil analisis kualitatif menunjukkan hasil positif karena kondisi analisis unsur timbal, tembaga,dan seng pada semua sampel memberikan absorbansi. Hasil analisis kuantitatif kadar timbal dalam sampel A, B, C berturut–turut yaitu: 0,248483; 0,302564; 0,864987 ppm. Hasil analisis kuantitatif kadar tembaga dalam sampel A, B, C berturut–turut yaitu: 0,229175; 0,144865; 1,030815 ppm. Hasil analisis kuantitatif kadar seng dalam sampel A, B, C berturut–turut yaitu: 3,210191 ± 0,039620; 3,149566 ± 0,013333; 6,026766 ± 0,013234 ppm (Supriyadi, 2011).

Penelitian tentang pengaruh variasi asam pendestruksi terhadap kadar logam berat (timbal, tembaga, dan zink) dalam gaplek. Preparasi analisis dilakukan dengan destruksi basah variasi pelarut HNO_3 pekat, H_2SO_4 pekat, dan aqua regia. Kadar logam Pb tertinggi berturut–turut pada pelarut aqua regia, HNO_3 pekat, dan H_2SO_4 pekat. Kadar logam Cu tertinggi berturut-turut pada pelarut HNO_3 pekat, H_2SO_4 pekat, dan aqua regia. Sedangkan untuk logam Zn kadar logam tertinggi berasal dari asam pendestruksi aqua regia, HNO_3 pekat, dan H_2SO_4 pekat. Dari ketiga asam pendestruksi tersebut terdapat perbedaan antara kadar logam Pb , Cu,

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dan Zn dalam gaplek yang didestruksi dengan H_2SO_4 pekat, HNO_3 pekat dan aqua regia (Erawati, 2003).

Penelitian tentang pengaruh jenis asam pendestruksi terhadap kadar logam berat timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dalam ikan. Preparasi analisis dilakukan dengan destruksi basah yang jenis asam pendestruksinya bervariasi dan untuk menentukan kadar Pb dan Cu dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan terdapat perbedaan kadar Pb dan Cu yang didestruksi antara HNO_3, HCl, maupun H_2SO_4. Untuk logam Pb kadar tertinggi berturut-turut berasal dari HNO_3, HCl, baru H_2SO_4 sedangkan untuk logam Cu kadar logam tertinggi berturut-turut berasal dari HCl, HNO_3, barulah H_2SO_4. Antara ketiga jenis asam pendestruksi tersebut ternyata terdapat perbedaan yang signifikan antara kadar Pb didalam ikan yang didestruksi dengan HCl, HNO_3, dan H_2SO_4 pada taraf 1% dan tidak ada perbedaan yang signifikan antara kadar Cu dalam ikan (Felys, R. 2005).

Pada penelitian uji analisa cemaran logam tembaga (Cu) dalam gula pasir, perbandingan hasil pengukuran antara kurva standar dan kurva adisi standar untuk pengukuran kadar logam tembaga (Cu) dalam Gula pasir uji kesesuaian dengan uji t. Hasil analisis uji t pada pengukuran kadar logam logam tembaga (Cu) dalam Gula pasir yaitu t hitung = 1,5 ; t Tabel = 12,706. Karena t hitung lebih kecil dari pada t tabel jadi Ho diterima, artinya terdapat kesesuaian secara signifikan antara metode standar dan metode kurva adisi standar untuk pengukuran kadar logam logam tembaga (Cu) dalam Gula pasir (Anisa, D. 2012).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Pada penelitian uji kandungan cemaran logam pada sosis sapi kaleng perbandingan hasil pengukuran antara kurva standar dan kurva adisi standar untuk pengukuran kadar logam timbal (Pb) dalam sosis sapi kaleng uji kesesuaian dengan uji t. Hasil analisis uji t yaitu t_{hitung} = 7,32; t_{tabel} = 12,706. Karena t_{hitung} lebih kecil dari pada t_{tabel} sehingga Ho diterima, artinya terdapat kesesuaian secara signifikan antara metode standar dan metode kurva adisi standar untuk pengukuran kadar logam timbal (Pb) dalam sosis sapi kaleng (Nuraini, A. 2011)

Telah dilakukan analisis kadar logam timbal (Pb), kadmium (Cd), dan tembaga (Cu) dalam nugget ayam rumput laut dengan menggunakan metode destruksi basah variasi pelarut HNO_3 65% dan H_2O_2 30% dengan perbandingan 6:2 dengan pelarut HNO_3 1% kemudian diukur dengan Spektrofotomeeter Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 283,3 nm; 228,8 nm; dan 324,7 nm untuk logam Pb, Cd, dan Cu menghasilkan kadar rata-rata cemaran logam Pb, Cd, dan Cu sebesar 0,3237 – 0,7300 mg/kg untuk Pb; 0,1419-0,1779 mg/kg untuk logam Cd, dan 3,4211-4,1337 mg/kg untuk Cu. Hasil tersebut tidak melebihi batas yang disyaratkan oleh SNI 01-6683-2002 yaitu 2 ppm, 0,1 ppm, dan 20,0 ppm, sehingga nugget rumput laut tersebut masih layak untuk dikonsumsi (Amalia, E. 2013).

Telah dilakukan uji kandungan logam Cd, Ni dan Pb pada 40 macam permen dan coklat dianalisa menggunakan *Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry* (ETAAS) dengan menggunakan perbandingan metode destruksi basah konvensional dan destruksi basah menggunakan *microwave* didapatkan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

konsentrasi logam berturut-turut adalah 0,099 dan 0,353; 1,45 dan 4,33; 1,11 dan 2,48 ppm (Jalbani, N. 2009).

2.10 Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

2.10.1 Pengertian Spektrometer Serapan Atom (SSA)

Spektrometer Serapan Atom (SSA) adalah suatu alat yang digunakan pada metode analisis untuk penentuan unsur-unsur logam dan metalloid yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu oleh atom logam dalam keadaan bebas (Skoog et al., 2000). Metode ini sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah. Teknik ini mempunyai beberapa kelebihan dibandingkan dengan metode spektroskopi emisi konvensional. Sebenarnya selain dengan metode serapan atom, unsur-unsur dengan energi eksitasi rendah dapat juga dianalisis dengan fotometri nyala, akan tetapi fotometri nyala tidak cocok untuk unsur-unsur dengan energy eksitasi tinggi. Fotometri nyala memiliki range ukur optimum pada panjang gelombang 400-800 nm, sedangkan AAS memiliki range ukur optimum pada panjang gelombang 200-300 nm (Skoog et al., 2000).

Tabel 2.3 Panjang gelombang optimum untuk timbal (Pb)

Panjang Gelombang (nm)	Lebar Celah (nm)	Range Kerja Optimum (µg/mL)
217	1,0	0,1 – 30
283,3	0,5	0,5 – 50
261,4	0,5	5 – 800
202,2	0,5	7 – 1000
205,3	0,5	50 – 8000

Panjang gelombang yang digunakan untuk analisis timbal (Pb) dapat bervariasi, tergantung dari range kurva standar yang ingin digunakan. Beberapa

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

pemilihan panjang gelombang optimum untuk Timbal (Pb) diperlihatkan pada Tabel 2.3.

Karena Beradasarkan SNI No. 3547.1:2008 syarat mutu kembang gula keras dengan kriteria uji cemaran logam Timbal (Pb) adalah maksimal 2,0 mg/kg panjang gelombang maksimum yang dapat digunakan adalah 217 nm.

2.10.2 Prinsip Kerja Spektrometri Serapan Atom (SSA)

SSA berprinsip pada absorpsi cahaya oleh atom. Atom-atom menyerap cahaya tersebut pada panjang gelombang tertentu, tergantung pada sifat unsurnya Spektrometri Serapan Atom (SSA) meliputi absorpsi sinar oleh atom-atom netral unsur logam yang masih berada dalam keadaan dasarnya (Ground state). Sinar yang diserap biasanya ialah sinar ultra violet dan sinar tampak. Prinsip Spektrometri Serapan Atom (SSA) pada dasarnya sama seperti absorpsi sinar oleh molekul atau ion senyawa dalam larutan.

Hukum absorpsi sinar (Lambert-Beer) yang berlaku pada spektrofotometer absorpsi sinar ultra violet, sinar tampak maupun infra merah, juga berlaku pada Spektrometri Serapan Atom (SSA). *Hukum Lambert*: bila suatu sumber sinar monkromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan berkurang dengan bertambahnya ketebalan medium yang mengabsorbsi. *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:

$$A = -log\frac{I_o}{I_t} = \varepsilon bc \quad \text{.....(II.7)}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Dimana:

lo = intensitas sumber sinar

lt = intensitas sinar yang diteruskan

ε = absortivitas molar (mol/liter)

b = panjang medium atau tebal nyala (nm)

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

A = absorbansi

Dengan $$A = -log\frac{I_o}{I_t} = -\log T$$ .....(II.8)

T = transmitan

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

2.10.3 Keuntungan dan Kelemahan Metode AAS

Keuntungan metode AAS dibandingkan dengan spektrofotometer biasa yaitu spesifik, batas deteksi yang rendah dari larutan yang sama bisa mengukur unsur-unsur yang berlainan, pengukurannya langsung terhadap contoh, output dapat langsung dibaca, cukup ekonomis, dapat diaplikasikan pada banyak jenis unsur, batas kadar penentuan luas (dari ppm sampai %).

Sedangkan kelemahannya yaitu pengaruh kimia dimana AAS tidak mampu menguraikan zat menjadi atom misalnya pengaruh fosfat terhadap Ca, pengaruh ionisasi yaitu bila atom tereksitasi (tidak hanya disosiasi) sehingga menimbulkan emisi pada panjang gelombang yang sama, serta pengaruh matriks misalnya pelarut.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2.11 Validasi Metode

Validasi metode analisis adalah proses suatu metode ditetapkan melalui serangkaian uji laboratorium untuk mengetahui bahwa parameter metode yang diuji memenuhi syarat untuk penetapan metode yang dimaksud. Yujuan utama validasi adalah untuk menjamin metode analisis yang digunakan mampu memberikan hasil yang cermat, handal, dan dapat dipercaya (Horwitz, 1975).

A. Uji Liniearitas

Hasil plot kurva kalibrasi dihitung untuk mendapatkan faktor keliniearan garis, yaitu nilai r (Burgess, 2000).

B . Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantisasi (LOQ)

Sementara itu nilai Limit Of Quantitation (LOQ) didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan. LOQ merupakan suatu kompromi antara konsentrasi dengan presisi dan akurasi yang dipersyaratkan.

Batas deteksi (LOD) dan batas kuantisasi (LOQ) diperoleh dari perhitungan persamaan kurva kalibrasi secara statistik. Rumus untuk perhitunganmnya adalah sebagai berikut:

$$LOD = = \frac{3 \text{ X } SD\frac{x}{y}}{Slope} \quad \text{.....(II.9)}$$

$$LOQ = = \frac{10 \text{ X } SD\frac{x}{y}}{Slope} \quad \text{.....(II.10)}$$

Nilai slope diperoleh dari persamaan kurva kalibrasi larutan standar dan $\mathbf{SD}\frac{\mathbf{x}}{\mathbf{y}}$ diperoleh dengan menggunakan rumus sebagai berikut (Burgess, 2000):

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$\textbf{SD x/y} = \sqrt{\sum ((\mathbf{y} - \hat{\mathbf{y}})^2) : (n - 1))} \quad \text{.....(II.11)}$$

C. Uji Akurasi (Ketepatan atau Kecermatan)

Penetapan akurasi dilakukan untuk mengetahui keakuratan suatu metode pengukuran yang digunakan dalam analisis tertentu. Oleh karena itu, dilakukan evaluasi akurasi metode yang melalui perolehan kembali (*recovery)* untuk mengetahui adanya kadar logam yang hilang saat proses destruksi. Nilai presentase *recovery* yang mendekati 100% menunjukkan tingkat kesesuaian nilai rata-rata dari suatu pengukuran yang sebanding dengan nilai sebenarnya.

Uji alurasi merupakan suatu metode analisa untuk memperoleh nilai sebenarnya (ketepatan pengukuran). Akurasi diperoleh dengan menghitung persen *Recovery*. Persamaan untuk persen *Recovery* adalah (Skoog,1985):

$$\textbf{\% Recovery} = \frac{\textit{Hasil Analisis Kadar Teoritis}}{\textit{Hasil Kadar Sebenarnya}} \textbf{ x 100\%} \quad \text{.....(II.12)}$$

Hasil kadar analisis teoritis adalah hasil kadar yang ditentukan dengan meregresikan nilai absorbansi yang terbaca pada instrument ke dalam persamaan regresi liniear.

D. Sensitivitas

Sensitivitas merupakan rasio perubahan sinyal tiap unit perubahan konsentrasi analit. Sensitivitas dapat dinyatakan sebagai *slope* kurva yang diperoleh dengan rentang tertentu. Hal ini sesuai dengan aturan IUPAC, bahwa sensitivitas yang dinyatakan dengan *slope* merupakan sensitivitas kurva. Nilai sensitivitas yang benar menunjukkan perubahan konsentrasi analit yang kecil dan dapat memberikan respon yang berarti (Skoog, 1985).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

E. Uji One Way Annova

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

Anova satu arah (*one way annova)* digunakan apabila yang akan dianalisis terdiri dari satu variabel terikat dan satu variabel bebas. Interaksi suatu kebersamaan antar faktor dalam mempengaruhi variabel bebas, dengan sendirinya pengaruh faktor-faktor secara mandiri telah dihilangkan.

Analisis Annova adalah:

1. Ho diterima jika F hitung ≤ F tabel dan Ho diterima jika F hitung > F tabel.
2. Ho ditolak jika Sig. < α dan Ho diterima jika Sig. < α

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

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

berperan dalam kesalahan kalibrasi sehingga menyebabkan adanya ketidakpastian baku.

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

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

2.12 Konsep Halalan Thayyiban dalam Makanan

Makanan merupakan kebutuhan pokok manusia, selain sandang dan papan yang diperlukan guna melangsungkan kehidupan. Seiring perkembangan perekonomian, dibidang perindustrian dan perdagangan telah menghasikan berbagai macam makanan instant salah satunya adalah permen.

فَلْيَعْبُدُوا۟ رَبَّ هَـٰذَا ٱلْبَيْتِ ﴿٣﴾ ٱلَّذِىٓ أَطْعَمَهُم مِّن جُوعٍ وَءَامَنَهُم مِّنْ خَوْفٍۢ ﴿٤﴾

"Maka hendaklah mereka menyembah Tuhan Pemilik rumah ini (Ka'bah). Yang telah memberi makanan kepada mereka untuk menghilangkan lapar dan mengamankan mereka dari ketakutan" (al Quraisy : 3-4).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Dalam Surah al Quraisy ayat 3-4 diterangkan bahwa Allah menjadikan kecukupan kebutuhan pangan sebagai salah satu sebab utama kenyamanan dalam beribadah. Di samping itu, makanan dan minuman yang dikonsumsi akan secara langsung mempengaruhi tubuh baik secara fisik maupun psikis. Hadist Nabi SAW menjelaskan hal ini, seperti yang diriwayatkan sahabat Abu Hurairah RA, bahwa Rasulullah SAW bersabda:

"Perut adalah telaga bagi raga. Pembuluh-pembuluh darah berujung padanya. Jika perut sehat, pembuluh-pembuluh itu akan sehat. Sebaliknya, jika perut sakit, pembuluh darah pun akan ikut sakit." (HR Thabrani).

Berkenaan dengan persoalan ini, Imam al Ghazali mengumpamakan urusan makanan dalam agama, ibarat fondasi pada sebuah bangunan. Menurutnya, jika fondasi itu kuat dan kokoh, maka bangunan itu pun akan berdiri tegak dan kokoh. Demikian sebaliknya, apabila pondasi itu lemah dan rapuh, niscaya bangunan itu pun akan ambruk dan runtuh. Al Ghazali lalu mengutip sebuah hadist yang diriwayatkan Imam Thabrani: *"Perbaikilah makananmu, niscaya Allah akan mengabulkan doamu" (*Al Qalani, Abu Fajar. 2003).

Oleh karena itu, dalam ajaran Islam, kita hanya diperbolehkan mengonsumsi makanan atau minuman yang jelas halal lagi baik (*thayyib*). Jelas halal disini salah satunya adalah tidak mengandung zat-zat kimia yang berbahaya bagi kesehatan.

Berdasarkan landasan teologis di atas, dapat kita fahami bahwa Islam sangat memperhatikan urusan makan dan minum. Islam menganjurkan kepada kita supaya ketika mengonsumsi makanan atau minuman, harus memperhatikan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

apa yang kita makan dan minum baik dari sisi zat-zat penyusun maupun cara memperolehnya. Dalam hal ini, harus halal dan juga baik *(thayyib)*.

2.12.1 Pengertian Halal

Dalam kitab *Mu'jam Mufradat Alfadh al Qur'an al Karim*, al Raghib al Isfahani mengatakan bahwa kata *halal*, secara etimologi berasal dari kata *halla-yahullu-hallan wa halalan wa hulalan* yang berarti melepaskan, menguraikan, membubarkan, memecahkan, membebaskan dan membolehkan. Sedangkan secara terminologi, kata *halal* mempunyai arti hal-hal yang boleh dan dapat dilakukan karena bebas atau tidak terikat dengan ketentuan-ketentuan yang melarangnya. Atau segala sesuatu yang bebas dari bahaya duniawi dan ukhrawi.

Al Jurjani dalam kitab *at Ta'rifat* menjelaskan bahwa pada dasarnya, kata *halal* merujuk kepada dua arti. *Pertama*, kebolehan menggunakan benda-benda atau apa yang diperlukan untuk memenuhi kebutuhan jasmani seperti makanan, minuman dan obat-obatan. *Kedua*, kebolehan memanfaatkan, memakan, meminum dan mengerjakan sesuatu yang semuanya ditentukan berdasarkan ketetapan *nash* (Al Baqi, Muhammad Fuad Abd, 1996).

2.12.2 Pengertian Thayyib (Baik)

Kata *thayyib* menurut al-Isfahani, menunjukkan sesuatu yang benar-benar baik. Bentuk jamak dari kata ini adalah *thayyibât* yang diambil dari derivasi *thaba-yathibu-thayyib-thayyibah* dengan beberapa makna, yaitu: *zaka wa thahara* (suci dan bersih), *jada wa hasuna* (baik dan elok), *ladzdza* (enak), dan *halal* (halal).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Menurut Al Isfahani, pada dasarnya, kata ini berarti sesuatu yang dirasakan enak oleh indra dan jiwa, atau segala sesuatu selain yang menyakitkan dan menjijikkan. Sedangkan Ibnu Taimiyah menerangkan dalam kitab *Majmu' Fatawa* bahwa yang dimaksud dengan *thayyib* adalah yang membuat baik jasmani, rohani, akal dan akhlak manusia. Menurutnya, lawan dari kata thayyib ini adalah *khabits* (bentuk jamaknya *khabaits*) yaitu sesuatu yang menjijikkan dan dapat merusak fisik, psikis, akal dan akhlak seseorang. Seperti zat-zat kimia baik yang secara langsung ditambahkan atau sebagi zat aditif maupun zat-zat kimia cemaran dalam suatu bahan makanan.

Dalam al Qur'an, kata *thayyib* ini disebutkan beberapa kali dalam bentuk yang berbeda. Terkait dengan makanan, al Qur'an menyebutkan kata *thayyiban* dengan diawali kata *halalan* dalam bentuk *mufrad mudzakkar* (laki-laki tunggal) sebanyak empat kali untuk menjelaskan sifat makanan yang halal sebagaimana yang terdapat dalam Surah al Baqarah: 168, Surah al Maidah: 88, Surah al Anfal: 69, dan Surah an Nahl: 114.

Sedangkan yang tidak ada kaitannya dengan makanan, al Qur'an menyebutkan kata *thayyibah* dalam bentuk *mufrad muannats* (perempuan tunggal) pada sembilan tempat, yaitu pada Surah Al Imran: 38, Surah at Taubah: 72, Surah Yunus: 22, Surah Ibrahim: 24 (dalam ayat ini disebut dua kali), Surah an Nahl: 97, Surah an Nur: 61, Surah Saba: 15, dan Surah ash Shaff: 12. Dan sebanyak dua kali dalam bentuk *mufrad mudzakkar* yaitu pada Surah an Nisa: 43 dan Surah al Maidah: 6.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Di samping itu, dalam bentuk jamaknya *(thayyibaat)*, kata ini disebutkan sebanyak sepuluh kali dengan merujuk pada empat pengertian yaitu; sifat makanan, sifat usaha atau rezeki, sifat perhiasan dan sifat perempuan. Seperti yang terdapat pada Surah al Maidah: 4-5, Surah al A`raf: 157, Surah al Anfal: 26, Surah Yunus: 93, Surah an Nahl: 72, Surah al Isra: 70, Surah al Mu'minun: 51, Surah Ghafir: 64 dan Surah al Jatsiyah: 16.

2.12.3 Makanan yang Halal dan Thayyib

Untuk memenuhi kebutuhan primer hamba-Nya, Allah SWT dengan kasih sayang-Nya menganugerahkan bumi beserta isinya untuk dikelola dan dimanfaatkan dengan sebaik-baiknya oleh manusia. Kendati demikian, bukan berarti kita dapat memanfaatkan bumi beserta isinya itu dengan mengeksploitasi sebebas-bebasnya. Namun harus sesuai dengan apa yang digariskan syariat. Terkait dalam hal makanan dan minuman, tidak semua yang di bumi ini, baik binatang, tumbuhan maupun benda-benda lainnya itu halal dan baik *(thayyib)* bagi manusia. Ada yang memang dibolehkan *(halal)* dan ada yang dilarang *(haram)*. Ada yang baik *(thayyib*), ada pula yang tidak baik *(khabits)*.

Dalam al Qur'an dijelaskan bahwa halal dan *thayyib* ini merupakan syarat mutlak yang tidak bisa ditawar oleh manusia dalam mengonsumsi makanan dan minuman. Dalam Islam, ketetapan tentang haram dan halal segala sesuatu, termasuk urusan makanan, adalah hak absolut Allah dan Rasul-Nya. Seperti yang telah disinggung di atas bahwa persyaratan halal ini terkait dengan standar syariat yang melegislasinya, dalam arti boleh secara hukum. Adapun *thayyib* berkenaan dengan standar kelayakan, kebersihan dan efek fungsional bagi manusia karena

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

mengandung cemaran senyawa-senyawa kimia yang berbahaya bagi manusia. Maka, bisa jadi suatu makanan itu halal tapi tidak *thayyib* atau sebaliknya. Maka bila dua syarat ini tidak terpenuhi dalam suatu makanan atau minuman, semestinya ia tidak boleh dikonsumsi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB III

METODOLOGI

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan April 2014 hingga Mei 2014 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Instrument khusus Spektrofotemeter Serapan Atom (SSA) Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi (SAINTEK) Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim (Maliki) Malang.

3.2 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan adalah *Experimental Laboratory* untuk mengetahui performa analitik dan pengaruh variasi larutan pendestruksi dan lama penyimpanan sampel dalam analisis timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom dengan Metode Destruksi Basah untuk menentukan kadar logam timbal (Pb) dalam permen khususnya yang berkemasan plastik berfilm PVC.

3.3 Alat dan Bahan Penelitian

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain timbangan analitik, vessel, pipet tetes, labu ukur 50 mL, labu ukur 100 mL, botol aquades, seperangkat mikropipet,beaker glass 100 mL, corong gelas, cawan porselen, mortar, pengaduk, gelas arloji, sendok takar, gelas ukur 100 mL, wadah botol gelas dan tutup plastik, pipet tetes, botol kaca bertutup plastik, hot plate seperangkat instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA), lemari asam.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel permen berkemasan plastik film PVC, asam sulfat (H_2SO_4), asam nitrat pekat (HNO_3 p.a.) 65%, asam peroksida (H_2O_2), asam nitrat 1 M, serbuk standar timbal (II) Nitrat merek E-Merck, kertas saring whatmann 42, aquades, dan aquadest demineralisasi.

3.4 Tahapan Penelitian

Tahapan penelitian yang dilakukan meliputi pengaturan alat spektroskopi, preparasi sampel campuran, pembuatan kurva standar Pb, preparasi menggunakan destruksi basah yang terdiri dari penentuan oksidator terbaik dengan menggunakaan destruksi basah variasi pelarut HNO_3 p.a., HNO_3 dan H_2SO_4; dan HNO_3, H_2SO_4 dengan H_2O_2, penentuan stabilitas Pb dalam sampel dengan SSA, analisa kadar logam Pb dalam permen dengan menggunakan larutan pendestruksi dan waktu kestabilan yang terbaik, penentuan kadar timbal (Pb) dalam sampel dengan kurva standar lalu menganalisis data (validasi data) yang telah diperoleh.

3.5 Pelaksanaan Penelitian

3.5.1 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Pengaturan alat spektrofotometer serapan atom Varian Spectra AA 240 meliputi panjang gelombang 217 nm, laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, laju udara 10,0 L/menit, Lebar celah menggunakan variasi 0,5 nm dan 1,0 nm, kuat arus HCl 10,0 µA, Tinggi Burner 2,0 mm (Varian, 2010).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5.2 Preparasi Sampel

Dalam penelitian ini, sampel yang digunakan adalah sampel produk permen jenis keras yang berkemasan plastik dengan berfilm PVC sebanyak 5 macam sampel dengan varian rasa yang berbeda-beda. Proses pembuatan sampel yang homogen adalah dengan menimbang masing-masing sampel permen sebanyak 2 buah pada tiap-tiap merk permen. Setelah itu dicatat berat masing-masing sampel permen. Kemudian, semua sampel diletakkan dalam sebuah wadah mortar berukuran besar dan ditumbuk hingga halus dan tercampur semua merk sampel permen. Setelah salus dan tercampur sempurna, maka permen yang homogen siap untuk digunakan analisis penentuan asam oksidator atau variasi pelarutnya serta waktu kestabilan timbal (Pb) dalam larutan. Sampel ini merupakan permen yang akan digunakan untuk analisis. Kemudian dilakukan 3 kali ulangan.

3.5.3 Pembuatan Kurva Standar Pb

Larutan induk dibuat dari 0,1605 gr serbuk timbal (II) nitrat yang dimasukkan ke dalam labu ukur 100,0 mL, dilarutkan dengan 7 mL asam nitrat pekat, dan diencerkan dengan *Aqua demineralisata*. Jumlah serbuk timbal (II) nitrat ditimbang sebanyak 0,1605 gr dengan mempertimbangkan adanya konversi berat molekul timbal (II) nitrat, timbal (Pb), dan kadar yang tertera pada sertifikat analisis. Hasil konversi menunjukkan bahwa dalam 0,1605 gr serbuk timbal (II) nitrat terkandung 0,1 gr logam timbal (Pb) sehingga setelah dilarutkan dengan asam nitrat pekat dan diencerkan dengan *Aqua demineralisata* dalam labu ukur 100,0 mL, diperoleh larutan induk timbal dengan konsentrasi 1000 ppm (Standar Nasional Indonesia, 2008).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Larutan standar Pb dibuat dari larutan standar yang telah dibuat, dimana larutan standar ini diencerkan menjadi 10 ppm kemudian diencerkan lagi dengan *Aquademineral* menjadi deretan larutan standar yaitu 0,00 ppm sebagai larutan blanko, serta 0,50; 1,00; 2,00; dan 5,00 ppm (Standar nasional Indonesia, 2008).

Larutan tersebut diukur pada panjang gelombang 217 nm dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Varian Spectra AA 240 pada kondisi optimum. Sederetan standar Pb dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Varian Spectra AA 240 pada kondisi optimum sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing (Rohman, 2007).

3.5.4 Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan Destruksi Basah Variasi Pelarut

Ditimbang 5 gram sampel campuran, lalu semuanya dimasukkan kedalam gelas beaker ukuran 100 mL lalu ditambahkan dengan 30 mL HNO_3 p.a. dan zat pengoksidasi lain (sesuai komposisi). Kemudian, dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 100 ^{0}C hingga volumenya berkurang setengahnya dari volume awal. Hal ini bertujuan untuk menguapakan sebanyak mungkin zat organik yang ada. Apabila larutan masih berwarna keruh maka ditambahkan HNO_3 p.a, dan zat pengoksidasi lain sesuai dengan komposisi. Kemudian disaring dengan kertas saring Whatman no. 42 ke dalam labu takar 50 mL dan diencerkan dengan menggunakan HNO_3 1 M hingga tanda batas. Larutan ini merupakan larutan sampel yang digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb pada sampel dengan menggunakan alat SSA. Perlakuan ini dilakukan 3 kali ulangan (James, 1999).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Adapun zat pendestruksi yang digunakan adalah sebagai berikut :

Tabel 3.1 Tabel Volume Perbandingan Zat Pendestruksi

Berat Sampel (g)	Zat Pendestruksi	Larutan Pengencer
2	HNO_3 p.a. 30 mL	HNO_3 1 M
2	HNO_3 p.a. 22,5 mL dan H_2SO_4 p.a. 7,5 mL	HNO_3 1 M
2	HNO_3 20 mL, H_2SO_4 p.a 6,7 mL dan H_2O_2 3,3 mL	HNO_3 1 M

Data diatas Kemudian dianalisis lebih lanjut dengan metode uji varian *One Way Annova* untuk mengetahui apakah penggunaan variasi larutan asam pendestruksi dalam metode destruksi basah mempunyai pengaruh dalam pembacaan konsentrasi terukur dengan Instrument SSA.

3.5.5 Penentuan Stabilitas Pb dalam Sampel dengan SSA

Penentuan oksidator terbaik dapat dilihat pada stabilitas larutan. Rohman (2007) menyatakan untuk memperoleh hasil – hasil analisis yang *reprodusibel* dan *Reliable* , maka sampel yang digunakan harus stabil pada waktu tertentu. Kestabilan yang digunakan adalah *repeatebility* dan akan diukur pada hari ke-0, ke-1, ke-3, ke-7, dan ke-15. Kestabilan dilakukan dengan penyimpanan pada kondisi suhu kamar dengan menggunakan wadah botol gelas dan tutup plastik. Perlakuan ini dilakukan sebanyak 3 kali ulangan.

Stabilitas dalam matriks dapat ditentukan dan bergantung pada kondisi penyimpanan, sifat kimia matriks dan wadah penyimpanan. Stabilitas analit dalam matriks dan wadah penyimpanan tertentu tidak dapat diekstrapolasikan dengan matriks dan wadah penyimpanan yang lain. Stabilitas dapat dinyatakan dengan nilai standar deviasi yang kecil (Arie, 2008).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Kemudian didapatkan sebuah grafik konsentrasi kestabilan sampel hasil destruksi basah yang terdiri dari sumbu y sebagai konsentrasi dan x adalah kestabilan hari. Dari grafik ini dapat ditentukan waktu kestabilan sampel hasil destruksi basah.

3.5.6 Analisa Kadar Logam Pb dalam Permen dengan Menggunakan Larutan Pendestruksi

Ditimbang 5 gram masing-masing sampel permen yang telah ditumbuk halus, lalu dimasukkan kedalam gelas beaker ukuran 100 mL lalu ditambahkan dengan larutan pendestruksi terbaik. Kemudian, dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 100 ^{0}C hingga volumenya berkurang setengahnya dari volume awal. Hal ini bertujuan untuk menguapakan sebanyak mungkin zat organik yang ada. Ditambahkan jenis varians larutan pendestruksi terbaik dengan volume yang telah diketahui. Kemudian disaring dengan kertas saring Whatman no. 42 ke dalam labu takar 50 mL dan diencerkan dengan menggunakan HNO_3 0,5 M hingga tanda batas. Disimpan pada suhu kamar dengan waktu kestabilan terbaik yang telah diketahui sebelumnya. Larutan ini merupakan larutan sampel yang digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb pada sampel dengan menggunakan alat SSA (James, 1999). Diulangi sebanyak 3 kali ulangan.

Perlakuan ini dilakukan pada 5 jenis sampel permen A, B, C, D, dan E. Hasil analisis tersebut yaitu sebuah nilai absorbansi dari sampel diinterpolasikan pada kurva baku yang telah didapatkan. Kemudian ditentukan konsentrasi cemaran logam timbal (Pb) dalam sampel tersebut.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3.5.7 Penentuan Konsentrasi Logam Pb Sebenarnya

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

$$\textbf{Konsentrasi sebenarnya} = \frac{Kadar\ terukur\ instrument\ x\ Fp}{Berat\ Sampel} \quad \textbf{.....(III.1)}$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang berjudul Analisis Logam Timbal (Pb) Pada Permen Berkemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Dengan Variasi Larutan Pendestruksi dilakukan dalam beberapa tahapan. Tahapan penelitian itu diantara adalah sebagai berikut pengaturan alat spektroskopi, preparasi sampel campuran, pembuatan kurva standar Pb, penentuan oksidator terbaik dengan menggunakaan destruksi basah variasi pelarut. Selanjutnya penentuan stabilitas Pb dalam sampel dengan SSA, analisa kadar logam Pb dalam permen dengan menggunakan larutan pendestruksi dan waktu kestabilan yang terbaik, penentuan kadar timbal (Pb) dalam sampel dengan kurva standar lalu menganalisis data (validasi data) yang telah diperoleh.

4.1 Pemilihan Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel permen berkemasan plastik PVC berfilm alumunium dengan merk A, B, C, D, dan E. Sampel dipilih secara *random non probability*. Asropi (2009) menyatakan bahwa metode *random non probability* adalah suatu metode pemilihan sampel yang tidak didasarkan pada mekanisme yang random dalam pemilihan sampel penelitian. Pada *non-probability sampling*, sampel dipilih karena pertimbangan – pertimbangan *non-random*, seperti kesesuaian sampel dengan kriteria – kriteria yang dirumuskan peneliti sesuai dengan tujuan penelitian. Pada penelitian ini sampel diambil acak dengan berbagai merk yang ada dan sesuai dengan tujuan penelitian dengan mengambil berbagai macam merk permen dengan kemasan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

plastik berfilm PVC, tanggal masa kadaluarsa yang sama atau hampir sama, mempunyai cita rasa yang berbeda-beda yang mewakili cita rasa dengan rasa susu, mint, kopi, dan asam untuk dianalisis kadar timbal (Pb) dalam produk permen tersebut. Pengaruh variasi zat perasa dalam permen terhadap kadar timbal (Pb) yang dianalisis dalam setiap sampel permen dapat diketahui.

Sampel yang digunakan berjumlah 5 macam dari berbagai macam merk permen yang berbeda-beda rasa (Tabel 4.1). Sampel tersebut didapatkan dari beberapa supermarket yang ada di Kota Malang dengan penyimpanan sampel diletakkan pada suhu udara kamar rak besi yang jauh dari cahaya matahari secara langsung.

Tabel 4.1 Sampel dengan variasi cita rasa

No	Sampel	Cita Rasa
1	A	Susu karamel atau protein
2	B	Kopi atau zat kafein
3	C	Asam atau zat asam sitrat
4	D	Zat mint
5	E	Zat mint dan asam sitrat

Dari 5 macam sampel tersebut akan dianalisis kadar timbal (Pb) dalam setiap produk *hard candy*. Dalam menganalisis kadar timbal (Pb) ini dilakukan serangkaian tahapan penelitian agar didapatkan data yang akurat sehingga kita dapat mengetahui adakah pengaruh waktu kadaluarsa terhadap kadar logam timbal (Pb) yang ada dalam produk *hard candy* tersebut. Penjelasan terkait pengaruh cita rasa *hard candy* terhadap kadar logam timbal (Pb) tersaji setelah tahapan penelitian selesai dilakukan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4.2 Pengaturan Alat Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Hal yang pertama kali dilakukan adalah pengaturan alat spektroskopi serapan atom untuk mendapatkan hasil analisis yang sensitif. Dengan dilakukannya pengaturan alat maka akan diperoleh populasi atom pada tingkat tenaga 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 tereksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar maka radiasi yang diserap juga akan semakin banyak. Pada kondisi yang optimum akan diperoleh serapan yang maksimum.

Pemilihan panjang gelombang ini berdasarkan kadar maksimum timbal (Pb) yang terdapat dalam SNI 3547.1.2008 pada produk *hard candy* yaitu 2,0 µg/mL sehingga kadar maksimal timbal (Pb) ditaksirkan sebesar 2,0 µg/mL.

Tabel 4.2 Pengaturan alat spektroskopi serapan atom (SSA) untuk analisis logam timbal (Pb)

Parameter	**Satuan**	**Kondisi Optimum**
Panjang gelombang	Nm	217
Laju alir asetilen	L/menit	2,0
Laju alir udara	L/menit	10,0
Kuat arus HCl (*Hallow Catode Lamp)*	µA	10,0
Lebar celah	nm	1,0
Tinggi burner	mm	2,0

Pemilihan panjang gelombang pada analisis logam timbal (Pb) adalah pada panjang gelombang 217 nm dengan tipe nyala Udara Asetilen (UA), kisaran kerja 5 – 20 µg/mL, dan batas deteksi 0,015 µg/mL (tabel 4.2). Sehingga panjang gelombang yang digunakan untuk menganalisis timbal (Pb) pada 217 nm karena pada panjang gelombang ini adalah panjang gelombang yang kuat dan bagus

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

untuk menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi. Apabila atom tingkat energi dasar diberi energi yang sesuai maka energi tersebut akan diserap dan atom-atom tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Pada keadaan tereksitasi, atom tidak stabil sehingga akan kembali ke tingkat energi dasar dengan melepas sejumlah energi dalam bentuk sinar. Maka setiap panjang gelombang mempunyai energi yang spesifik. Timbal mempunyai energi sebesar 9,1562 . 10^{-8} Joule dengan energi sebesar itu atom Pb akan tereksitasi dari keadaan dasar (Pb^{0}) menuju ke tingkat energi yang lebih tinggi (Pb^{*}) (Perhitungan lampiran 2.3).

Lebar celah dapat mengontrol gangguan spektra tertentu, misalnya garis-garis yang terabsorpsi dari gas pengisi lampu katoda cekung, garis-garis yang tidak teradsorpsi dari logam katoda cekung, garis-garis yabng tidak teradsorpsi dari logam katoda , dan pita-pita molekul dalam nyala. Pengaturan sinar-sinar yang masuk mengurangi gangguan ini dapat dikontrol dengan mengurangi lebar celah. Lebar celah yang sensitif sekitar 10 µm yang dapat menghasilkan setengah lebar intesitas dari garis yang dipancarkan oleh lampu katoda cekung melalui pita molekul. Pada penelitian ini kondisi optimum lebar celah adalah 0,5 nm (merujuk pada ketetapan panjang gelombang) dimana lebar celah logam timbal (Pb) memiliki ukuran lebih kecil dari 10 µm, ini menunjukkan bahwa ukuran lebar celah lebih kecil, sehingga lebar celah lebih efektif untuk mengurangi adanya gangguan spektra. Semakin kecil lebar celah yang dilakukan akan memperkecil gangguan spektranya.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lebar celah monomkromator harus dipilih untuk mengoptimasi *signal to noise ratio*. Lebar celah dalam spektrofotometri serapan atom harus sebesar yang diperlukan untuk mengisolasi garis spektra yang digunakan (garis resonasi). Lebar celah yang sangat sempit diperlukan hanya bila bila spektra emisi sumber radiasi adalah sangat kompleks dan memiliki garis resonansi yang akan digunakan (Narsito, 1992).

Bagian katoda yang berbentuk cekung dilapisi logam yang sesuai dengan logam yang akan dianalisis. Anoda diberi tegangan sehingga bila sejumlah kecil arus yang besarnya beberapa mA diberikan diantara katoda dan anoda akan mengakibatkan gar argon yang ada di dalam tabung akan mengalami ionisasi, akibatnya ion gas argon tersebut akan tertarik ke arah katoda (yang bermuatan negatif) dengan kecepatan yang sangat tinggi dan terjadi tumbukan yang mengakibatkan tereksitasinya atom-atom logam yang bersangkutan. Dalam hal ini berlaku hukum emisi atom yang menyatakan bahwa atom mempunyai kelebihan tenaga maka akan melepaskan kembali tenaga yang berupa sinar dari lampu katoda cekung ini mempunyai spektrum yang spesifik sesuai dengan panjang gelombangnya yaitu 217 nm dengan kuat arus 10,0 µA.

Kuat arus lampu katoda cekung yang dianjurkan tergantung pada unsur yang akan dianalisis dan bervariasi. Pemakaian kuat arus diusahakan seoptimal mungkin karena pemberian kuat arus yang terlalu lemah akan menyebabkan intensitas lampu nebjadi terlalu rendah sehingga energi yang diberikan juga rendah (Underwood, 2002).

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Efisiensi lampu katoda cekung bergantung pada geometri dari katodanya dan besarnya tegangan atau arus yang diberikan. Peningkatan pemberian arus pada lampu katoda, pada umumnya akan meningkatkan intensitasnya, tetapi akan mengurangi umur dari lampu tersebut. Walaupun demikian peningkatan intensitas ini ada batasnya, karena hal sebaliknya mungkin saja terjadi, yaitu pemberian arus yang terlalu tinggi akan mengakibatkan terjadinya peningkatan julmah atom-atom yang tidak tereksitasi dalam awan atom dan menyerap emisi yang dipancarkan sehingga dapat terjadi apa yang disebut penyerapan diri dan hal ini dapat mengurangi intensitas (Underwood, 2002).

Laju alir asetilen-udara yang digunakan sebagai bahan pembakar dan oksida untuk logam Pb adalah 2,0 L/menit. Asetilen-udara berfungsi membawa sampel dalam bentuk larutan agar masuk ke dalam sistem pengkabutan yang akan mengubah sampel larutan menjadi aerosol halus (uap) yang siap masuk ke dalam sistem nyala untuk atomisasi. Beberapa kelebihan gas pembakar dan oksidator asetilen-udara yaitu dapat memberikan hasil yang maksimal, digunakan untuk berbagai unsur dan oksidator yang dibutuhkan tergantung pada ukuran pembakar (*burner* dan komponen-komponen sampel).

4.3 Preparasi Sampel

Hasil analisis yang baik juga dipengaruhi oleh cara preparasi sampel yang akan dianalisis. Sampel yang diambil harus bersifat *representatif* (mewakili) populasi zat atau bahan yang akan dianalisis dan harus homogen. Untuk menentukan asam oksidator atau variasi asam oksidator yang terbaik serta waktu kestabilan timbal (Pb) dalam larutan sampel maka dibutuhkan sampel campuran

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

agar mewakili kondisi semua sampel secara homogen dalam keadaan yang baik atau fresh sampel. Hal ini dilakukan untuk mengefisiensi waktu, biaya, serta proses analisis penentuan asam oksidator terbaik dan waktu kestabilan timbal (Pb) dalam larutan sampel.

Proses preparasi sampel yang homogen adalah dengan menimbang masing-masing sampel permen sebanyak 2 buah pada tiap-tiap merk permen keras. Setelah itu dicatat berat masing-masing sampel permen. Kemudian, semua sampel diletakkan dalam sebuah wadah mortar berukuran besar dan ditumbuk hingga halus dan tercampur semua merk sampel permen keras. Setelah salus dan tercampur sempurna, maka sampel yang homogen siap untuk digunakan analisis penentuan asam oksidator atau variasi pelarutnya serta waktu kestabilan timbal (Pb) dalam larutan.

4.4 Pembuatan Kurva Standar Pb

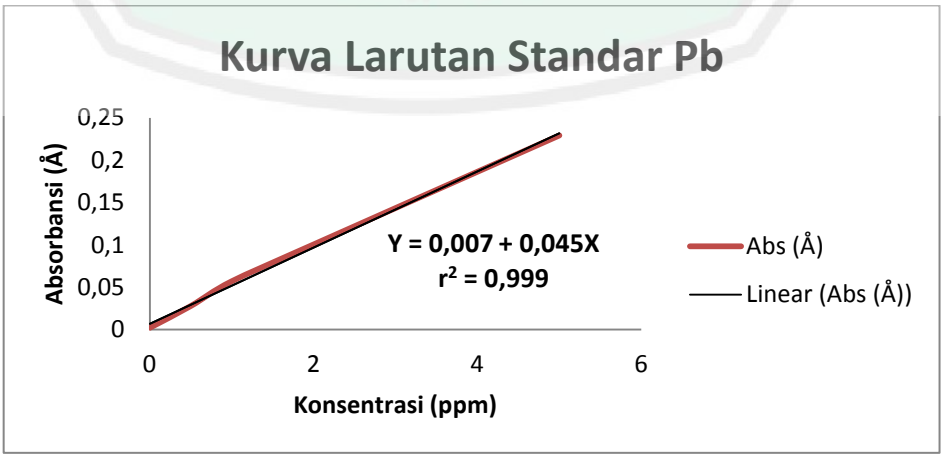
Larutan standar Pb dibuat dari larutan standar 1000 ppm, dimana larutan standar ini diencerkan menjadi 10 ppm kemudian diencerkan lagi menjadi deretan larutan standar yaitu 0,00 ppm sebagai larutan blanko, serta 0,50; 1,00; 2,00; dan 5,00 ppm. Pemilihan range bawah sebagai larutan blanko 0,00 ppm merujuk pada SNI *Hard Candy* mengenai kadar maksimum logam timbal (Pb) adalah 2,00 ppm dan range atas bernilai 5,00 ppm dikarenakan adanya suatu persyaratan dari alat agar membuat larutan standar minimal 5 buah sehingga pembacaan kadar logam lebih maksimal. Larutan standar dapat dibuat lebih dari itu, tetapi hal itu akan mempengaruhi hasil analisis karena tingkat kesulitan akan lebih banyak dan hasil yang didapatkan kurang maksimal atau kurang baik. Selain itu kisaran kadar

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

logam timbal dari penelitian-penelitian sebelumnya tidak ada yang melebihi 5,00 ppm.

Kurva standar menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorbsi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui konsentrasinya. Berdasarkan hukum Lambert-Beer absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasinya. Artinya, apabila konsentrasi tinggi maka nilai absorbansi juga tinggi, begitupun sebaliknya jika konsentrasi rendah maka absorbansinya juga rendah.

Kurva standar dibuat berdasarkan hukum Lambert-Beer, yaitu A= abc. Absorbansi (A) sebagai absis, oleh karena itu konstanta yang harga perkaliannya ditentukan oleh Slope adalah nilai untuk a dan b, sehingga jika dibuat kurva absorbansi lawan konsentrasi larutan standar, maka dapat diperoleh kurva garis lurus. Dari perhitungan regresi linier yaitu y=bx+a, maka penarikan garis lurus dapat dilihat atau diambil. Hubungan linier antara X dan Y dapat diketahui melalui harga koefisien korelasi (r). Pada umumnya r = 0,999 berarti kurva linier memiliki slope positif (Gambar 4.2).



Gambar 4.1 Grafik Kurva Standar Timbal (Pb)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Uji linieritas suatu metode bertujuan membuktikan adanya hubungan yang linier antara konsentrasi analit yang sebenarnya dengan respon alat. Parameter yang menunjukkan adanya hubungan yang linier antara absorbansi dengan konsentrasi analit adalah koefisien korelasi (r). Untuk itu dilakukan uji linieritas melalui pembuatan kurva kalibrasi larutan standar timbal dan pengukuran absorbansi deret larutan standar dengan SSA.

Model persamaan regresi linier yang terbentuk adalah: Y = 0,007 + 0,045X. Dan hasil ini sesuai dengan *Hukum Lambert – Beer*. Nilai R yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan, dengan ketentuan R > 0,99 yang menujukkan bahwa alat Instrument SSA dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi (C) dengan absorbansi (A).

Sensitivitas dari kurva standar timbal (Pb) adalah 0,045. Nilai ini menunjukkan bahwa tiap satu satuan perubahan konsentrasi akan menghasilkan perubahan absorbansi sebesar 0,045.

Kurva kalibrasi menunjukkan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorbansi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui konsentrasinya. Berdasarkan hukum *Lambert-Beer* absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasi.

Parameter limit deteksi (Limit of Detection) instrument menunjukkan konsentrasi terkecil yang dapat terbaca oleh instrument. Pada konsentrasi terkecil yang berada pada limit deteksi alat sangat terbatas dalam membedakan antara sinyal analit dengan *noise*. Apabila konsentrasi berada dibawah limit deteksi maka

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

sinyal yang ditangkap alat adalah sepenuhnya *noise*. Konsentrasi analit yang berada pada limit deteksi belum sepenuhnya dapat dipercaya karena akurasi yang dihasilkan rendah.

Pada tabel Uji LOD dan LOQ menunjukkan hasil perhitungan nilai limit deteksi yang merupakan penjumlahan antara nilai rata-rata konsentrasi terkecil ditambah dengan haisl perkalian tiga kali standar deviasi x/y, sehingga didapatkan nilai limit deteksi dan limit kuantisasi. Berdasarkan nilai tersebut dapat diketahui bahwa penggunaan instrumen pada penentapan Pb dalam sampel *hard candy* dengan konsentrasi lebih besar dari 0,2828 mg/L dapat dipercaya sebagai sinyal alat terhadap analit. Namun, apabila konsentrasi analit kurang dari 0,2828 mg/l, sinyal yang dihasilkan tidak dipercaya sebagai analit, melainkan *noise*. Nilai 0,2828 mg/L merupakan konsentrasi terendah yang masih dapat dipercaya pada pengukuran dengan menggunakan instrumen SSA.

Jika konsentrasi LOQ menurun maka presisi juga menurun. Jika presisi tinggi dipersyaratkan, maka konsentrasi LOQ yang lebih tinggi harus dilaporkan. Hasil perhitungan menunjukkan LOQ sebesar 0,9427 mg/L . Limit kuantisasi menentukan batas rentang kerja yang harus dicapai dalam suatu pengukuran. Meskipun pada rentang 0,50 mg/L sampai 5,00 mg/L dalam kurva kalibrasi menunjukkan hasil yang linier, namun pengukuran harus mencapai limit kuantisasi agar pengukuran lebih akurat. Dengan demikian sesuai dengan gambar kurva kalibrasi larutan standar timbal, hasil pengukuran yang menghasilkan konsentrasi lebih dari nilai LOQ menunjukkan hasil dengan akurasi yang tinggi.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Nilai akurasi dari kurva standar timbal (Pb) yang dinyatakan dalam %*recovery* adalah 92,45% untuk 0,50 mg/L; 111% untuk 1,00 mg/L; 103% untuk 2,00 mg/L; dan 98,75% untuk 5 mg/L. Priyambodo (2011) menyatakan persyaratan dari akurasi adalah persen recovery berada pada range 98-102%. Dari persyaratan tersebut ada sebuah data yang tidak masuk range yaitu data pertama yaitu 92,45% pada konsentrasi 0,5 mg/L, hal ini dapat disebabkan karena adanya pengaruh atau gangguan dari interferen-interferen yang ada dalam larutan standar yang dapat mempengaruhi pembacaan absorbansi dengan SSA. Adapun rerata persen recovery secara keseluruhan adalah 101,3%. Hal ini menunjukkan bahwa akurasi dari kurva standar timbal (Pb) adalah sensitif karena memenuhi persyaratan akurasi yakni persen recovery berada dalam range 98-102%.

4.5 Penentuan Oksidator Terbaik Menggunakan Destruksi Basah Variasi Pelarut

Pada tahap penentuan oksidator terbaik dengan variasi pelarut dapat diamati dengan melihat nilai konsentrasi tertinggi. Penggunaan variasi asam oksidator sangat berpengaruh pada hasil analisis kadar timbal (Pb).

Tabel 4.3 Konsentrasi Timbal (Pb) pada Penentuan Oksidator Terbaik

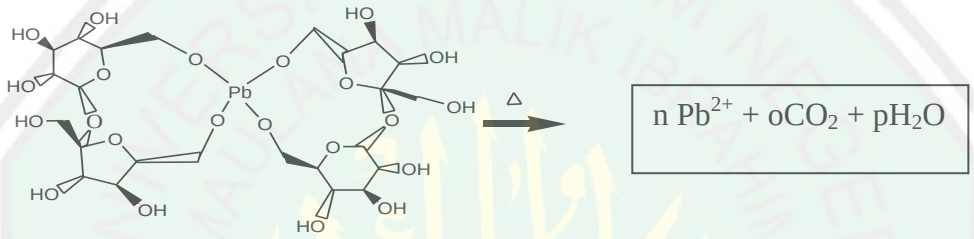
Ulangan	Variasi Pelarut		
	HNO_3 p.a. (mg/Kg)	HNO_3 p.a. : H_2SO_4p.a.(mg/Kg)	HNO_3p.a. : H_2SO_4p.a. : H_2O_2 p.a. (mg/Kg)
A	1,486	21,216	18,483
B	1,736	21,665	18,575
C	1,734	21,172	18,440

Berdasarkan Tabel 4.3 konsentrasi timbal dalam tahapan penentuan oksidator terbaik diketahui pada variasi 2 pelarut yaitu HNO_3 p.a. : H_2SO_4p.a. dengan kadar timbal (Pb) yang terlihat jelas lebih tinggi dari kadar yang diperoleh dari 2 variasi pelarut lainnya. Penggunaan 1 variasi pelarut saja tidak akan memberikan hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

kadar timbal (Pb) yang tinggi, tetapi menggunakan 3 jenis variasi pelarut lebih baik daripada tidak menggunakan variasi pelarut sama sekali.

Dugaan struktur molekul sukrosa pada permen berkemasan yang telah tercemar logam timbal (Pb) ketika dilakukan proses destruksi basah, maka akan terbentuk ion Pb^{2+} dengan menghasilkan reaksi samping yaitu berupa gas CO_2 dan gas air sebagaimana reaksi ditunjukkan pada gambar 4.2:

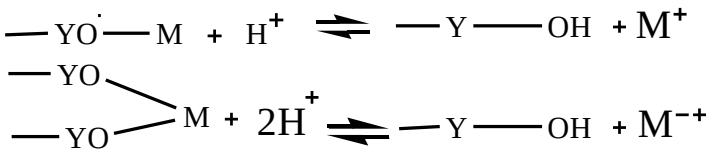


Gambar 4.2 Dugaan Struktur Molekul Sukrosa pada Permen yang Tercemar oleh Logam Timbal (Pb) dan dilakukan Destruksi Basah

Umumnya logam Pb lebih stabil dengan bilangan oksida 2+ (Sugiyarto, 2010). Jumlah elektron logam timbal (Pb) yang dapat digunakan untuk berikatan adalah 8 elektron, sedangkan elektron yang digunakan dalam berikatan berjumlah 6, dengan muatan oksida sebesar 2+, maka dapat dihitung dengan nilai bilangan koordinasi Pb sebesar 6 (Effendy, 2010).

Sukrosa adalah suatu disakarida heterogen tersusun unit D-glukosa dan D-fruktosa. Dilihat dari strukturnya, sukrosa mempunyai potensi yang cukup besar untuk terputus ikatan hidrogennya pada gugus –OH karena pemanasan. Mekanisme pemutusan yang terjadi antara gugus –OH yang terikat pada sukrosa dengan ion logam yang bermuatan positif (kation), dianalogikan sebagai berikut.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.3 Pembentukan ikatan antara logam dengan matriks

M^+ dan M^{2+} adalah ion logam, -OH adalah gugus hidroksil dan Y adalah matriks tempat gugus –OH terikat (sukrosa). Interaksi antara gugus –OH dengan gugus ion logam juga memungkinkan melalui mekanisme pembentukan kompleks koordinasi karena atom oksigen (O) pada gugus hidroksil (-OH) mempunyai pasangan elektron bebas, sedangkan ion logam mempunyai orbital *d* kosong. Pada pembentukan kompleks koordinasi, kation ion Pb^{2+} bertindak sebagai ion pusat dan sukrosa sebagai ligan.

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

$$3Pb_{(s)} + 8HNO_{3\,(aq)} \xrightarrow[\triangle]{} 3Pb^{2+} + 6\,NO_3^- + 2NO_{x\,(g)}\uparrow + 4H_2O_{(l)} \quad \text{.....(IV.1)}$$

Proses mulainya oksidasi ditandai dengan munculnya gas hitam kecoklatan dari larutan sampel. Asap hitam kecoklatan ini adalah gas NO_x yang menguap. Selesainya proses penguapan asam nitrat ditandai dengan berhenti atau berkurangnya asap hitam kecoklatan yang muncul.

Tujuan penambahan asam oksidator lainnya pada variasi pelarut kedua (HNO_3 pekat : H_2SO_4 pekat = 3 : 1 = 22,5 mL : 7,5 mL) adalah sebagai katalis untuk mempercepat reaksi pemutusan ikatan timbal (Pb) dengan senyawa-senyawa organik yang ada dalam sampel *hard candy*. Adapun reaksi yang terjadi pada variasi 2 pelarut adalah:

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$3\,Pb_{(s)} + 8\,HNO_{3(aq)} \xrightarrow[\triangle]{H_2SO_4} 3Pb^{2+} + 6\,NO_3^- + 2NO_{x(g)}\uparrow + 4H_2O_{(l)} \quad ..(IV.2)$$

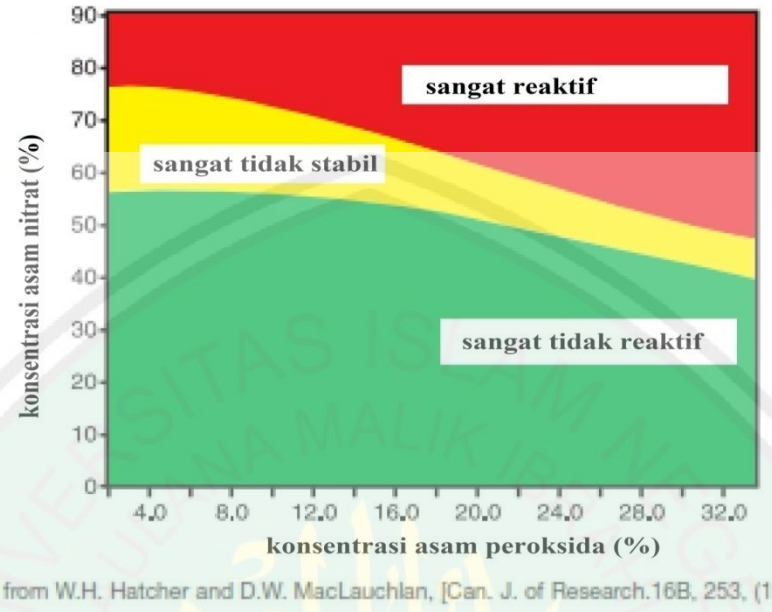
Penambahan H_2SO_4 akan menghasilkan endapan putih $PbSO_4$. Namun setelah dipanaskan, $PbSO_4$ akan membentuk ion Pb^{2+}.

$$PbSO_4\downarrow + H_2SO_{4\,(aq)} \xrightarrow[\triangle]{} Pb^{2+}{}_{(aq)} + 2HSO_4^-{}_{(aq)} \quad .....(IV.3)$$

Sementara itu, H_2O_2 pekat bertindak sebagai oksidator untuk membantu HNO_3 pekat mendekomposisi matriks organik *hard candy*. Setelah tidak terbentuk asap coklat dilakukan penambahan asam hidroksida pekat tetes demi tetes untuk menghindari ledakan, karena asam peroksida selain sebagai katalis juga sebagai penjernih. H_2O_2 juga bertindak sebagai katalis kompetitor bersama H_2SO_4. Sehingga HNO_3 harus mempunyai volume yang lebih banyak atau dominan karena asam pengoksidasi utama. Sehingga *hard candy* dapat larut sempurna. Penggunaan 2 katalis secara bersamaan dapat mengganggu nilai kestabilan setiap katalis yang digunakan yang akan mengakibatkan pengurangan kadar timbal (Pb) dalam permen.

$$3\,Pb_{(s)} + 8\,HNO_{3(aq)} \xrightarrow[\triangle]{H_2SO_4,\ H_2O_2} 3Pb^{2+} + 6\,NO_3^- + 2NO_{x(g)}\uparrow + 4H_2O_{(l)} \quad ..(IV.4)$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.4 Grafik Kestabilan dan Kereaktifan Asam Nitrat Pekat dan Asam Hidroksida Pekat (W.H. Hatcher and D.W. MacLauchlan. 1938. *Can. J. Of Research*)

Gambar 4.4 adalah grafik yang menjelaskan hubungan antara kereaktifan 2 senyawa asam dengan tingkat kepekatan tertentu jika saling dicampur. Grafik 4.4 menjelaskan bahwa ada 3 keadaan apabila asam nitrat pekat dicampurkan dengan asam hidroksida pekat dengan kepekatan tertentu, yaitu keadaan sangat reaktif, sangat tidak stabil, dan sangat tidak reaktif. Keadaan sangat eaktif akan terjadi pada campuran antara asam nitrat dengan konsentrasi diatas 79% dengan asam hidroksida dengan konsentrasi kurang dari 5%. Tetapi kereaktifan tersebut akan mengakibatkan ketidakstabilan campuran larutan tersebut. Pada keadaan sangat tidak stabil terjadi pada campiuran asam nitrat dengan konsentrasi 57% - 78% dengan asam hidroksida dengan konsentrasi <12%, akan tetapi jika konsentrasi asam hidroksida > 12% maka keadaan larutan akan menjadi sangat tidak reaktif. Pada keadaan sangat tidak reaktif dapat terjadi apabila asam nitrat dengan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

konsentrasi 58% dicampurkan dengan asam hidroksida dengan konsentrasi < 12%, akan tetapi jika asam hidroksida yang digunakan mempunyai konsentrasi > 12% maka keadaan larutan akan semakin tidak reaktif. Hal ini menunjukkan alasan penurunan konsentrasi kadar timbal (Pb) dalam variasi 3 pelarut akan menurunkan kadar timbal (Pb).

H_2O_2 merupakan asam pengoksidasi yang sangat bagus untuk merusak sisa-sisa materi organik ketika dipanaskan tetapi dibutuhkan dalam jumlah yang lebih sedikit jika dibandingkan dengan volume asam oksidator lainnya. Kemudian dilakukan pemanasan untuk mempercepat reaksi oksidasi selain itu agar endapan $PbSO_4$ yang terbentuk pada saat penambahan H_2SO_4 dapat kembali cair sehingga endapan Pb dapat berubah kembali menjadi Pb^{2+} yang akan dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Sebagaimana dalam grafik 4.4 dapat diketahui bahwa pencampuran asam nitrat pekat dan asam hidroksida pekat dapat mengurangi tingkat kestabilan larutan sampel. Adanya pemanasan adalah untuk menambah energi sehingga proses destruksi basah ini berjalan dengan cepat karena mempunyai laju reaksi yang lebiih besar.

Permen merupakan sampel yang kaya akan sukrosa dengan protein yang sedikit. Polimer sukrosa baik didestruksi dengan 2 variasi pelarut tidak memerlukan H_2O_2. H_2O_2 pekat selain sebagai katalis kompetitor juga berfungsi untuk menjernihkan larutan sampel yang berbahan dasar sukrosa serta zat-zat aditif lainnya. Penambahan H_2O_2 pada campuran asam nitrat pekat dan asam sulfat pekat, kurang bagus karena pada campuran 2 variasi pelarut saja sampel permen sudah teroksidasi dan terdestruksi secara sempurna.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Output Progam SPSS 20 *descriptive* memuat hasil-hasil data statistik deskriptif seperti *mean, standar deviasi,* angka terendah, angka tertinggi, serta *standar error.*

Output *Test of Homogenity of Variance* yang bertujuan untuk menguji berlaku tidaknya asumsi Annova, yaitu apakah ketiga sampel mempunyai varians yang sama. Untuk mengetahui apakah asumsi bahwa ketiga kelompok sampel yang yang ada mempunyai varians yang sama (homogen) dapat diterima. Untuk itu sebelumnya perlu dipersiapkan hipotesis tentang hal tersebut.

Adapun hipotesisnya adalah sebagai berikut:

1. Ho = ketiga variansi populasi adalah sama.
2. H1 = ketiga variansi populasi adalah tidak sama.

Dengan pengambilan keputusan :

1. Jika signifikan > 0,05 maka Ho diterima
2. Jika signifikan < 0,05 maka Ho ditolak

Berdasarkan hasil yang diperoleh pada *Test of Homogenity of Variance,* dimana dihasilkan bahwa probabilitas atau siginifikasinya adalah 0,056 yang berarti ***"kurang dari"*** 0,05 maka dapat disimpulkan bahwa Hipotesis Nol (Ho) **ditolak**, yang berarti asumsi bahwa ketiga varians pupulasi adalah berbeda (non homogen atau heterogen).

Lalu dilakukan Uji Annova pada sampel. Output annova adalah akhir dari perhitungan yang digunakan sebagai penentuan analisis terhadap hipotesis yang akan diterima atau ditolak. Dalam hal ini hipotesis yang akan diuji adalah:

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

1. Ho = Tidak ada perbedaan rata-rata hasil konsentrasi dengan jenis variasi pelarut (asam okidator) yang berbeda (sama).
2. H1 = Ada perbedaan rata-rata hasil konsentrasi dengan menggunakan jenis variasi pelarut (asam oksidator) yang berbeda (Tidak Sama).

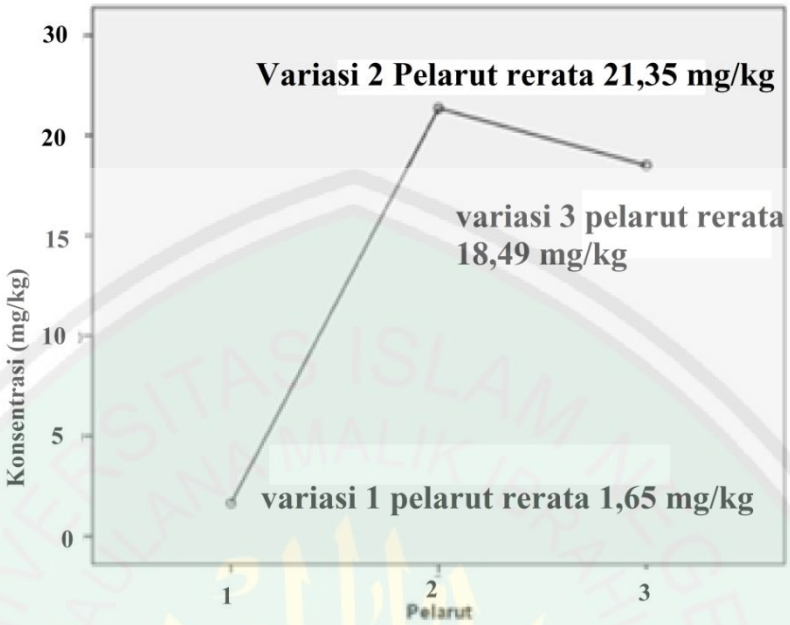
Untuk menentukan Ho atau H1 yang diterima maka ketentuan yang harus diikuti adalah sebagai berikut:

1. Jika F hitung > F tabel, maka Ho ditolak.
2. Jika F hitung < F tabel maka Ho diterima.
3. Jika signifikan atau probabilita > 0,05 maka Ho diterima.
4. Jika signifikan atau probabilita < 0,05 maka Ho ditolak.

Berdasarkan pada hasil tabel output diperoleh Uji Anova, dimana dilihat bahwa F hitung = 10215,006 sedangkan F tabel 5,14. Jadi F hitung (10215,006) > F tabel (5,14) dengan siginifikan 0,000. Sedangkan untuk F tabel pada tingkat signifikan 0,05 (95%) dengan numerator = 2 (jumlah varian – 1) dan denumerator = 6 (jumlah responden – jumlah variabel) adalah 5,14.

Kesimpulannya karena F hitung (10215,006) > F tabel (5,14), maka H1 diterima dan Ho ditolak. Ini berarti bahwa rata-rata populasi ketiga varians adalah ada perbedaan yang signifikan antara ketiga variasi pelarut.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



Gambar 4.5 Grafik Rerata Konsentrasi Timbal (Pb) Pada Uji Variasi Pelarut Terbaik dengan Uji Mean Plot

Dari Gambar 4.5 diatas menunjukkan hubungan antara Variasi Pelarut Asam Oksidator dengan Konsentrasi. Dari grafik tersebut dapat dilihat bahwa penggunaan variasi satu pelarut (HNO_3 p.a.) saja sangat kurang efektif, karena kadar timbal yang terdeteksi sangat rendah sekali yaitu sekitar 1,652 mg/kg. Sedangkan pada penggunaan 2 variasi pelarut (HNO_3 p.a. : H_2SO_4 p.a.) dengan perbandingan volume pelarut (3:1) menghasilkan hasil konsentrasi rata-rata 21,351 mg/kg. Hasil konsentrasi tersebut sangat tinggi sekali, 21 kali lipat dari hasil konsentrasi penggunaan 1 variasi pelarut saja. Sedangkan pada penggunaan 3 variasi pelarut asam oksidator (HNO_3 p.a. : H_2SO_4 p.a. : H_2O_2 p.a.) dengan perbandingan 3 : 2 : 1 menghasilkan rata-rata konsentrasi 18,449 mg/kg. Penggunaan 3 variasi pelarut asam oksidator kurang kurang begitu efektif jika dibandingkan dengan 2 variasi pelarut, tapi jika dibandingkan dengan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

penggunaan 1 jenis asam oksidator saja, maka penggunaan 3 variasi pelarut ini lebih efektif.

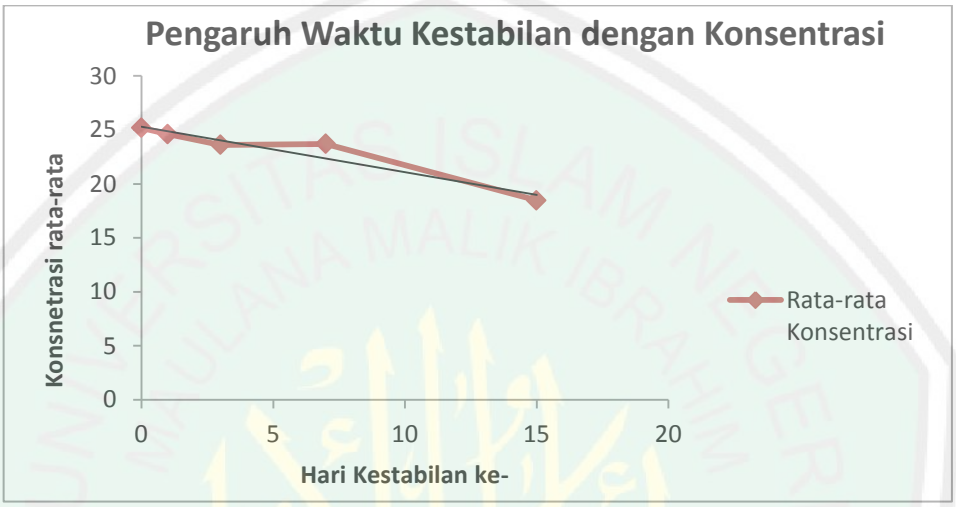
4.6 Penentuan Stabilitas Larutan Sampel dengan Asam Oksidator Terbaik

Preparasi sampel merupakan langkah yang penting dalam analisis unsur-unsur mikro yang menggunakan pengukuran Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Pemilihan metode preparasi sampel sangat mempengaruhi hasil yang akan didapatkan nantinya. Dalam menganalisis konsentrasi suatu logam di dalam suatu sampel, ternyata semua elemen ataupun komponen dalam hal ini yang tidak ingin kita amati dapat menyebabkan kenaikan ataupun penurunan konsentrasi logam yang ingin kita analisis, untuk itu perlu dilakukan penyimpanan larutan sampel untuk menjaga konsentrasi logam dalam larutan sampel, agar hal-hal yang tidak kita inginkan tersebut tidak menyebabkan gangguan yang signifikan pada larutan sampel tersebut.

Penentuan stabilitas logam timbal (Pb) dilakukan untuk mengetahui kestabilan metode destruksi basah dengan variasi asam oksidator terbaik. Pada proses ini ikatan kovalen senyawa organik pada hard candy dipecah ikatannya dengan logam timbal (Pb) menggunakan asam kuat, tekanan dan pemanasan. Dengan metode terbaik ini diharapkan dapat memutus ikatan logam dengan senyawa organik dalam hard candy dan menjaga kestabilan logam timbal (Pb), karena tidak menutup kemungkinan adanya senyawa-senyawa penyusun sukrosa yang tidak terdestruksi secara sempurna dan yang masih terlarut dalam larutan sampel, berupa NO_3^-, OH^-, -SH, -C=O, -S-, dan –O-. Molekul atau ion dengan pasangan elektron bebas dapat mengkompleks dengan ion logam timbal $(Pb)^{2+}$.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Karena itulah senyawa-senyawa yang mempunyai dua atau lebih gugusan fungsional dapat mengkelat logam dalam lingkungan yang sesuai dan dapat berikatan kembali dengan logam ion Pb^{2+} dan membentuk senyawa kompleks.



Gambar 4.6 Grafik Pengaruh Waktu Kestabilan dengan Rerata Kadar Logam Timbal (Pb)

Dari gambar 4.6 diketahui grafik pengaruh waktu kestabilan dengan rerata kadar logam timbal (Pb) dalam larutan sampel telah mengalami penurunan kadar timbal (Pb) yang signifikan pada hari ke-3 menujui hari ke-7. Grafik konsentrasi pada hari ke-3 sudah tidak linier atau berbanding lurus dengan waktu penyimpanan larutan sampel, karena garis persamaannya sudah terlihat menurun.

Penentuan waktu kestabilan secara statistika diketahui dengan Uji *One Way Annova* pada masing-masing data; yaitu pada data kestabilan hari ke-0 dengan hari ke-1; hari ke-1 dengan hari ke-3; hari ke-3 dengan hari ke-7; dan hari ke-7 dengan hari ke-15. Dengan Uji *One Way Annova* dapat membandingkan hubungan antara 2 kelompok data. Dengan uji *One Way Annova* kita dapat

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

mengetahui waktu kestabilan dengan menentukan hasil uji yang berbeda secara nyata.

Dalam hal ini hipotesis yang akan diuji adalah :

1. Ho = Tidak terjadi hubungan yang linier antara variabel konsentrasi dengan waktu kestabilan
2. H1 = Ada hubungan yang linier antara variabel konsentrasi dengan waktu kestabilan

Untuk menentukan Ho dan H1 yang diterima maka ketentuan yang harus diikuti adalah sebagai berikut:

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

Tabel 4.4 Hasil analisis uji *Annova* pada penentuan waktu kestabilan larutan

No	Waktu Kestabilan	F Hitung	F Tabel	Ho	H1
1	Hari ke-0 menuju hari ke-1	83,383	(0,95; 1; 4) (7,71)	Ditolak	Diterima
2	Hari ke-1 menuju hari ke-3	253,022		Ditolak	Diterima
3	Hari ke-3 menuju hari ke-7	0,455		Diterima	Ditolak
4	Hari ke-7 menuju hari ke-15	487,790		Ditolak	Diterima

Tabel 4.4 diperoleh dari data hasil uji *Annova.* Dapat diketahui waktu kestabilan larutan sampel dengan adanya hasil Uji *One Way Annova* dengan hipotesis Ho yang diterima dan hipotesis H1 yang ditolak. Jika hipotesa Ho diterima, maka hal ini menunjukkan bahwa tidak terdapat hubungan kelinieran antara waktu kestabilan dengan konsentrasi larutan. Jika hipotesa Ho ditolak,

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

menunjukkan konsentrasi timbal (Pb) dalam larutan sampel sudah turun seiring dengan lamanya masa penyimpanan sampel.

Pada data hasil uji *Annova* yang hipotesis Ho-nya yang ditolak adalah pada hasil uji hari ke-0 menuju ke-1; hari ke-1 menuju ke-3; dan hari ke-7 menuju hari ke-15; sedangkan pada hasil uji hari ke-3 menuju ke-7 hipotesis Ho-nya diterima. Pada hari ke-3 menuju hari ke-7 merupakan waktu kestabilan terbaik. Jika sampel larutan dilakukan pengujian kurang pada hari ke-3, sampel masih dikatakan stabil. Jika sampel dilakukan pengujian pada hari ke-4 atau lebih dari itu maka hasil analisis waktu kestabilan, menunjukkan hasil konsentrasi yang kurang valid.

Penurunan kestabilan yang terjadi pada larutan sampel larutan terjadi karena proses degradasi destruksi basah yang kurang sempurna. Sukrosa dapat mengalami degradasi akibat dari proses pemanasan dengan suhu tinggi dan penambahan air. Molekul sukrosa dapat didegradasi mejadi molekul glukosa dan fruktosa pada suhu kondisi titik didihnya, yaitu pada rentang 160 ^{0}C sampai 180 ^{0}C. Apabila molekul sukrosa terdestruksi secara sempurna membentuk CO_2 dan H_2O, maka tidak menutup kemungkinan bahwa logam timbal (Pb) yang ada terikat oleh gugus hidroksil bebas yang dimiliki oleh molekul glukosa dan fruktosa, sehingga semakin lama waktu penyimpanan, maka konsentrasinya akan semakin menurun dan kurang stabil. Pada penelitian ini diketahui bahwa molekul sukrosa dapat terdestruksi secara sempurna dapat dilihat dari warna kejernihan larutan kemudian disimpan pada periode tertentu dengan faktor-faktor kondisi lingkungan sebagaimana yang telah ditentukan.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Penurunan disebabkan oleh pemutusan ikatan logam timbal (Pb) menurun disebabkan karena kemungkinan adanya proses destruksi yang tidak sempurna, baik karena faktor sampel yang terlalu banyak yang tidak sesuai dengan volume larutan oksidator yang digunakan untuk mendestruksi, suhu pemanasan yang tidak sesuai, ataupun faktor-faktor lain yang mempegaruhi faktor destruksi basah. Sehingga adanya kemungkinan NO_3^- , HSO_4^- , SO_4^-, dan ion-ion lainnya yang seharusnya terdestruksi menjadi gas, tidak terdestruksi sempurna menjadi gas-gas, tetapi masih tetap terlarut dalam larutan sampel dalam bentuk ion. Meskipun sangat sedikit, tetapi hal ini ternyata berpengaruh secara nyata pada penurunan nilai kadar timbal (Pb) dalam larutan sampel. Sehingga ion-ion yang tidak terdestruksi dengan sempurna tersebut berikatan kembali dengan ion timbal (Pb^{2+}) yang ada dalam larutan sampel membentuk senyawa kompleks dengan atom pusat logam Pb. Hal tersebut juga dipengaruhi oleh faktor lama penyimpanan atau waktu, suhu penyimpanan, wadah penyimpanan, dan lain-lain.

Stabilitas larutan sampel sangat penting, baik yang berkaitan dengan suhu atau yang berkaitan dengan waktu. Jika larutan tidak stabil dalam suhu kamar, maka penurunan suhu hingga 2 – 8 °C dapat meningkatkan stabilitas larutan sampel. Larutan sampel yang sebelumnya disimpan dalam kondisi kamar pada suhu 25 ^{0}C, jika terlalu lama diletakkan dalam suhu yang dingin atau dalam ruangan ber-AC sebagaimana dalam ruangan Laboratorium Instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan suhu yang rendah pasti juga akan mempengaruhi kadar logam timbal (Pb) dalam sampel larutan. Oleh karena itu ketika proses uji dengan Instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) harus

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

segera diuji tidak terlalu lama diletakkan dalam ruangan Laboratorium Instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

Masalah khusus yang dihadapi oleh sampel dengan kadar analit yang sangat sedikit atau *trace analyte* dalam larutan sampel adalah kemungkinan adanya penyerapan analit di permukaan dinding wadah atau adanya kontaminasi oleh senyawa-senyawa yang dilepaskan oleh wadah.

Untuk sampel yang mengandung analit anorganik harus disimpan dalam wadah plastik karena kalium, natrium, boron, dan silikat dapat dilepaskan oleh wadah-wadah gelas ke dalam larutan sampel. Sebaliknya, untuk sampel yang mengandung pelarut-pelarut organik atau cairan-cairan organik harus disimpan dalam wadah gelas.

4.7 Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Masing-Masing Sampel *Hard Candy*

Dari 5 sampel *hard candy* yang dianalisis semuanya mengandung kadar timbal (Pb) yang melebihi batas maksimum cemaran *hard candy* yang ditetapkan dalam SNI 01-3751-2008 dimana batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) adalah 2,00 mg/kg sehingga tidak layak untuk dikonsumsi.

Terdeteksinya logam timbal di dalam produk *hard candy* dikatakan sebagai kontaminasi dan cemaran dalam makanan karena timbal (Pb) merupakan logam yang berbahaya bagi tubuh. Logam ini terdapat di pemen karena faktor bahan-bahan utama permen yaitu gula atau sakarosa, air, serta zat-zat aditif baik pengawet, pewarna, maupun perasa yang telah mengandung timbal (Pb), proses produksi permen dengan alat-alat pabrik yang berbahan besi dengan adanya pemanasan pada suhu tinggi memungkinkan adanya atom logam yang bermigrasi

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

dari alat-alat produksi permen menuju ke hasil produk, dan karena faktor kemasan PVC yang berfilm. Dimana plastik PVC berfilm yang mengandung logam timbal dapat bermigrasi menuju ke produk permen dengan jangka waktu penyimpanan, tempat penyimpanan, dan lain sebagainya.

Pada penelitian ini, kadar logam timbal (Pb) sebenarnya dihitung menggunakan rumus dari SNI 01.3571.2008 sebagai berikut:

$$\textbf{Kadar logam (mg/kg)} = \frac{F\ x\ b}{W} \quad \text{.....(IV.5)}$$

Dimana : F = faktor pengenceran

B = konsentrasi dari kurva kalibrasi Pb (mg/L)

W = Berat sampel (gram)

Kadar logam sebenarnya dalam masing-masing sampel ini dihitung pada hari ke-0 saja, dikarenakan pada hari tersebut kondisi sampel masih *fresh* sehingga data yang didapatkan maksimal dengan kevalidan yang tinggi.

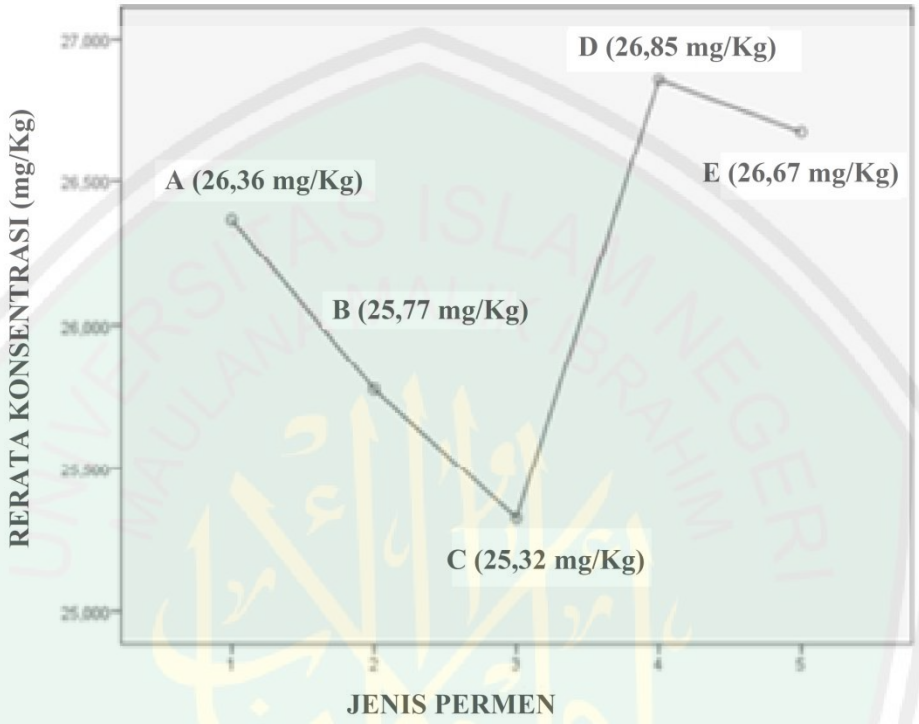
Tabel 4.5 Tabel Hasil Analisis Kadar Timbal (Pb) Dalam Masing-Masing Sampel

No	Hard Candy	Kadar Timbal Pada Ulangan			Kadar Rata-Rata
		1	2	3	
1	A (susu karamel)	25,95	26,32	26,82	26,36
2	B (kopi)	24,56	26,19	26,55	25,77
3	C (asam)	25,45	25,44	25,07	25,32
4	D (mint)	26,97	26,98	26,60	26,85
5	E (mint dan asam)	26,60	26,71	26,70	26,67

Dari Tabel 4.5 data pengamatan tersebut dapat diketahui bahwa semua merk *hard candy* mengandung logam timbal (Pb) dengan kadar yang melebihi batas maksimum cemaran makanan yang ditetapkan dalam SNI 3547.1:2008 dimana

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

batas maksimum cemaran logam berat timbal (Pb) pada hard candy adalah 2,0 mg/kg sehingga hard candy kurang layak untuk dikonsumsi.



Gambar 4.7 Rerata Kadar Timbal (Pb) dalam Sampel *Hard Candy*

Terdeteksinya logam timbal (Pb) dalam *hard candy* dikatakan sebagai kontaminasi makanan karena logam timbal (Pb) merupakan logam yang berbahaya bagi tubuh. Berdasarkan Gambar 4.7 urutan kadar timbal (Pb) dari tertinggi hingga terendah adalah pada sampel D, sampel E, sampel A, sampel B dan sampel C yang masing-masing dengan cita rasa yang berbeda-beda yaitu Mint; Mint dan Asam; Susu; Kopi, dan Asam. Tingginya kadar timbal (Pb) dalam sampel juga dipengaruhi oleh cita rasa masing-masing sampel, karena hal ini juga berpengaruh pada proses produksi serta zat-zat aditif yang ditambahkan ketika proses produksi *hard candy* sesuai dengan cita rasa sampel. Jenis pengemas

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

plastik berfilm PVC yang digunakan juga sesuai dengan sampel *hard candy* agar tetap dapat menjaga kualitas produk tersebut.

Proses produksi *hard candy* berpengaruh pada kadar timbal (Pb) dalam sampel, karena semakin bersifat keras suatu produk *hard candy*, maka proses produksi juga membutuhkan proses yang lama. Sehingga tidak menutup kemungkinan lama kontak bahan produksi dengan alat-alat produksi berbahan dasar logam-logam dengan bantuan pemanasan juga semakin lama.

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan R.I. No. 329/Menkes/PER/XII/76, yang dimaksud dengan aditif makanan adalah bahan yang ditambahkan dan dicampurkan sewaktu pengolahan makanan untuk meningkatkan mutu. Diantaranya adalah pewarna, penyedap rasa dan aroma, pemantap, antioksidan, pengawet, pengelmulsi, antigumpal, pemucat dan pengental. Begitupula dalam proses produksi *hard candy*, tidak menutup kemungkinan banyak ditambahkan zat-zat aditif baik dalam jangka waktu yang lama maupun pendek dapat mengakibatkan adanya zat-zat berbahaya dalam produk *hard candy* tersebut.

Zat aditif yang digunakan sesuai dengan cita rasa yang berbeda-beda. Misalnya zat aditif pewarna, salah usaha produsen untuk menarik minat konsumen adalah salah satunya dengan memberikan warna-warna yang menarik. Tidak menutup kemungkinan zat aditif pewarna juga mengandung logam timbal (Pb) khususnya pada warna merah, hijau, kuning, dan warna-warna yang sangat mencolok. Zat aditif lainnya yang digunakan adalah perasa asam dengan tujuan untuk memberikan rasa asam. Asam juga dapat mengintensifkan penerimaan rasa-rasa lain. Unsur yang menyebabkan rasa asam adalah ion H^+ atau ion H_3O^+. Asam

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

yang banyak digunakan pada bahan makanan adalah asam organik seperti asam asetat, asam laktat, asam sitrat, asam fumarat, asam malat, asam suksinat, dan asam tartrat. Zat pemanis sintetik juga ditambahkan dalam permen, merupakan zat yang dapat menimbulkan rasa manis sedangkan kalori yang dihasilkannya jauh lebih rendah daripada gula.

Dalam permen diduga terdapat zat aditif berupa zat pengikat logam atau sekuesteran. Sekuesteran dapat mengikat logam dalma bentuk ikatan kompleks sehingga dapat mengalahkan sifat dan pengaruh jelek logam tersebut dalam bahan. Dengan demikian senyawa ini dapat membantu menstabilkan warna, cita rasa dan tekstur permen. Ion logam ini dapat terlepas dari ikatan kompleksnya karena hidrolisis maupun degradasi. Ion logam bebas mudah bereaksi dan mengakibatkan perubahan warna, ketengikan, kekeruhan, maupun perubahan rasa. Sekuesteran akan mengikat ion logam sehingga menjaga kestabilan bahan. Molekul atau ion dengan pasangan elektron bebas dapat mengomplekskan ion logam seperti timbal (Pb). Senyawa-senyawa yang mengandung 2 atau lebih gugusan fungsional seperti –OH, -SH, -COOH, $-PO_3H_2$-, -CO, $-NR_2$, -S-, dan –O- dapat mengkelat logam dalam lingkungan yang sesuai. Sekuesteran yang paling sering digunakan dalam bahan makanan adalah asam sitrat dan turunannya, polifosfat, dan garam etildiaminatetraasetat (EDTA) (Winarno, F.G., 2004).

Proses pengikatan logam merupakan proses keseimbangan pembentukan kompleks ion logam sekuesteran. Secara umum, keseimbangan ditulis (Winarno, F.G., 2004):

$$L + S \longleftrightarrow LS \quad \text{.....(IV.6)}$$

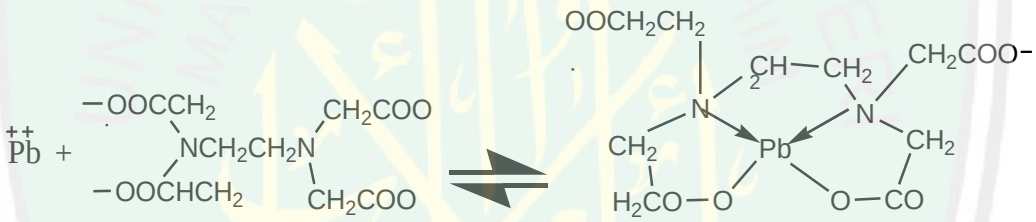
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

L = ion logam

S = sekuestran (ligan)

LS = kompleks logam-sekuestran

Untuk memperoleh ikatan metal yang stabil, diperlukan ligan yang mampu membentuk cincin 5-6 sudut dengan sebuah logam, misalnya ikatan antara EDTA dengan Pb^{2+}. Ion logam terkoordinasi dengan pasangan elektron dari atom-atom nitrogen EDTAdan juga keempat gugus karboksil yang ada pada EDTA (Gambar 4.8).



Gambar 4.8 Pengikatan Ion Pb^{2+} dengan ligan pada senyawa pengikat logam

Selain susunan ruang dan konfigurasi ligan yang sesuai dengan ion logam, pH juga mempengaruhi pembentukan ikatan. Gugus asam karboksilat yang tak terionisasi bukanlah donor elektron yang baik, sebaliknya ion karboksil merupakan donor yang baik. Kenaikan pH menyebabkan terdisosiasinya gugus karboksil sehingga meningkatkan efisiensi pengikatan logam.

Dalam keadaan tertentu, ion hidroksil berikatan dengan ion logam dalam ikatan tersendiri sehingga menyaingi dan menurunkan efektivitas ligan. Ion logam tersebut akan terdapat sebagai kompleks hidrat. Kecepatan oembentukan kelat terganggu karena harus memecahkan kompleks hidrat terlebih dahulu.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Sekuestran atau ligan dapat menghambat proses oksidasi. Senyawa ini merupakan sinergik antioksidan karena dapat menghilangkan ion-ion logam yang megkatalisis proses oksidasi.

4.8 Kajian Hasil Penelitian tentang Makanan Halal dan Baik dalam Perspektif Islam

Dalam Islam Allah SWT telah menjanjikan akan memenuhi permintaan atau do'a seorang hamba sebagaimana telah disebutkan dalam al Qur'an Surat al Baqarah 168 yaitu:

وَإِذَا سَأَلَكَ عِبَادِى عَنِّى فَإِنِّى قَرِيبٌ ۖ أُجِيبُ دَعْوَةَ ٱلدَّاعِ إِذَا دَعَانِ ۖ فَلْيَسْتَجِيبُوا۟ لِى وَلْيُؤْمِنُوا۟ بِى لَعَلَّهُمْ يَرْشُدُونَ ﴿١٨٦﴾

"Dan apabila hamba-hamba-Ku bertanya kepadamu tentang Aku, Maka (jawablah), bahwasanya aku adalah dekat. aku mengabulkan permohonan orang yang berdoa apabila ia memohon kepada-Ku, Maka hendaklah mereka itu memenuhi (segala perintah-Ku) dan hendaklah mereka beriman kepada-Ku, agar mereka selalu berada dalam kebenaran" (QS al Baqarah:168).

Al Qur'an Surat Al Anfal ayat 168 mejelaskan bahwa Allah itu selalu dekat dengan hamba-Nya. Dan Allah akan selalu mengabulkan permintaan hamba-Nya apabila mereka mau memenuhi perintah Allah dan beriman kepada Allah SWT serta senantiasa dalam kebenaran. Hal tersebut adalah dengan memenuhi permintaan Allah SWT untuk mengkonsumsi makanan yang *Halalan Thayyiban* sebagaimana dalam al Quran Surat Al Maa'idah ayat 88. Selain itu selalu berusaha untuk tetap dalam kebenaran, yang dimaksud dengan kebenaran disini adalah senantiasa menjaga pola hidup atau pola makan kita untuk tetap mengkonsumsi makanan yang *Halala Thayyiban* yang sesuai dengan syari'at.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Oleh sebab itu, selain daripada yang ditentukan oleh Allah, diserahkan juga dalam ijtihad kita sendiri memilih mana makanan yang halal dan baik. Kita setidaknya dapat memilah dan meilih mana makan yang sehat sesuai syar'i dan tidak. Oleh karena itu akhir dalam surat al Anfal ayat 69 berbunyi: "*Dan bertakwallah kepada Allah yang kamu beriman kepada-Nya*". Ketentuan Allah tentang halal dan baik, lalu diserahkan kepada pertimbangan batin, yaitu takwa dan iman, bertambah penting memilih makanan dan minuman yang ada. Di samping itu, makanan dan minuman yang dikonsumsi akan secara langsung mempengaruhi tubuh baik secara fisik maupun psikis.

Dalam syariat terdapat *Maqaashid Syari'ah* (tujuan-tujuan syariat), yang meliputi aspek *hifzhud diin* (menjaga agama), *hifzhun nafs* (menjaga jiwa), *hifzhul 'aql* (menjaga akal), *hifzhun nasl* (menjaga keuturunan) serta *hifzhul maal* (menjaga harta). Semuanya dapat diperoleh jika syariat dijalankan. Berkembangnya berbagai penyakit seiring dengan berkembangnya teknologi pengolahan pangan dan industri. Kelalaian manusia hingga melebihi batas-batas syariat sebagaimana dalam kadar timbal (Pb) dalam permen berkemasan. Hal ini disebabkan oleh terjebak *syubhat*, keterpaksaan, atau ketidaktahuan mengenai makanan halal dan thayyib.

Pada tubuh manusia makanan mengalami proses pengolahan yang meliputi pencernaan, penyerapan dan metabolisme. Zat makanan dibutuhkan sebagai sumber energi, sedangkan zat makanan yang tidak tercerna oleh enzim pendegradasi pangan akan menjadi serat pangan yang menyehatkan saluran pencernaan. Makanan merupakan sumber energi yang mengalir pada darah

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

manusia, jadi jika makanan yang dimakan adalah makanan yang halal dan memiliki nilai gizi tinggi maka diharapkan akan mendorong seseorang untuk lebih sehat dan lebih mudah menjalankan aktivitas.

Oleh karena itu, dalam ajaran Islam, kita hanya diperbolehkan mengkonsumsi makanan atau minuman yang jelas halal lagi baik (*thayyib*). Jelas halal disini salah satunya adalah tidak mengandung zat-zat kimia yang berbahaya bagi kesehatan. Allah SWT berfirman dalam QS. an Nahl 114 :

فَكُلُوا۟ مِمَّا رَزَقَكُمُ ٱللَّهُ حَلَٰلًا طَيِّبًا وَٱشْكُرُوا۟ نِعْمَتَ ٱللَّهِ إِن كُنتُمْ إِيَّاهُ تَعْبُدُونَ ﴿١١٤﴾

*"Maka makanlah yang halal lagi baik dari rezki yang telah diberikan Allah kepadamu; dan syukurilah nikmat Allah, jika kamu hanya kepada-Nya saja menyembah" (*QS. an Nahl 114).

Berdasarkan landasan teologis di atas, dapat kita fahami bahwa Islam sangat memperhatikan urusan makan dan minum. Islam menganjurkan kepada kita supaya ketika mengonsumsi makanan atau minuman, harus memperhatikan apa yang kita makan dan minum baik dari sisi zat-zat penyusun maupun cara memperolehnya. Dalam hal ini, harus halal dan juga baik *(thayyib)*.

Pada penelitian ini, didapatkan hasil bahwa kadar logam timbal (Pb) sangat jauh dari nilai ambang batas maksimum yang telah ditentukan oleh BPOM dan SNI. Hal ini tidak memenuhi kriteria makanan yang baik yaitu (Ahira, 2010):

1. Mengandung zat kimia berlebihan
2. Merngandung zat pewarna kimia
3. Mengandung zat pengawet kimia

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Selain itu bahaya timbal pada balita dan anak anak adalah dapat menyebabkan gangguan belajar, pertumbuhan yang terhambat, hiperaktivitas, gangguan pendengaran, dan mungkin juga terjadi kerusakan pada otak, jika pajanannya besar. Timbal juga terkandung pada pembungkus makanan-makanan yang di konsumsi oleh anak-anak. Bungkus permen yang catnya cukup mencolok dan warna-warni kemungkinan mengandung timbal. Pada saat anak memegang bungkus tersebut, membukanya dan memasukkan permen dalam mulutnya, Saat itu timbal masuk ke dalam saluran pencernaan dan perlahan-lahan akan tertimbun dalam tubuh hingga kadar tertentu akan menimbulkan gangguan kesehatan pada anak anak. Termasuk makanan yang dibungkus kertas koran, karena tinta pada koran mengandung timbal.

Allah telah memberikan makanan yang halal dari rezeki untuk kita dan kita perlu mensyukuri dan bertakwa kepada-Nya. Bertakwa dalam hal makanan menuntut agar setiap makanan yang dicerna tidak mengakibatkan penyakit dan aman bagi kesehatan.

Karena tidak memenuhi kriteria makanan yang halal dan baik, dapat mengakibatkan daya tahan tubuh menurun serta tubuh akan berkerja tidak maksimal, karena ketahanan tubuh berkurang dengan mengkonsumsi makanan yang tidak baik, seperti mengandung cemaran logam timbal (Pb).

Makanan yang baik dan terlihat menarik hati juga belum tentu itu makanan yang halal. Dan begitupula makanan yang lezat dan enak dinikmati itupula juga belum tentu makanan yang halal, sehingga kita sebagai kaum muslim harus memperhatikan dengan seksama apa-apa yang akan kita makan, serta proses

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

produksinya juga harus diamati dengan seksama dan hati-hati. Sehingga kita menjadi kaum muslim bertaqwa dan beriman dengan menjaga pola hidup dan pola makan yang halal dan baik.

Dalam al Qur'an dijelaskan bahwa halal dan *thayyib* ini merupakan syarat mutlak yang tidak bisa ditawar oleh manusia dalam mengonsumsi makanan dan minuman. Dalam Islam, ketetapan tentang haram dan halal segala sesuatu, termasuk urusan makanan, adalah hak absolut Allah dan Rasul-Nya. Seperti yang telah disinggung di atas bahwa persyaratan halal ini terkait dengan standar syariat yang melegislasinya, dalam arti boleh secara hukum. Adapun *thayyib* berkenaan dengan standar kelayakan, kebersihan dan efek fungsional bagi manusia karena mengandung cemaran senyawa-senyawa kimia yang berbahaya bagi manusia. Maka, bisa jadi suatu makanan itu halal tapi tidak *thayyib* atau sebaliknya. Maka bila dua syarat ini tidak terpenuhi dalam suatu makanan atau minuman, semestinya ia tidak boleh dikonsumsi.

Terkadang banyak orang dapat menikmati kelezatan suatu makanan, tetapi di balik makanan yang lezat tersebut mengandung sesuatu yang membahayakan dirinya seperti racun atau zat-zat yang berbahaya bagi kesehatan. Memperbagus atau memperbaiki makanan *halal* dan *thayyib* menjadi salah satu sebab dikabulkannya do'a. Manfaat makanan halal adalah menghindari tubuh dari sesuatu yang diharamkan oleh Allah sehingga secara rohani akan menenteramkan karena hal ini termasuk ke dalam ibadah kepada Allah. Tubuh dan seluruh anggota badan akan tumbuh dari makanan yang halal dan bahaya makanan non-halal secara fisik memang tidak dapat diukur tetapi akan berpengaruh pada

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Dari uraian singkat di atas, dapat kita simpulkan bahwa aktivitas makan dan minum bukan hanya urusan duniawi semata. Akan tetapi ia sangat terkait dengan urusan agama. Islam menaruh perhatian yang sangat besar padanya. Secara tegas Islam memerintahkan kita untuk memperhatikan apa yang kita makan dan dari mana kita mendapatkannya. Kita harus memakan dan meminum sesuatu yang benar-benar halal dan *thayyib* dan menghindari yang buruk *(khabaits)*. Karena halal dan baiknya makanan yang kita konsumsi, akan memancarkan energi positif bagi diri kita. Begitupula senaliknya. Jika haram, makan akan memancarkan enegi negatif.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian Analisis Logam Timbal (Pb) Pada Permen Berkemasan Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Dengan Variasi Larutan Pendestruksi dapat diambil beberapa kesimpulan sebagai berikut:

1. Variasi pelarut terbaik adalah HNO_3 : H_2SO_4 (3:1) dengan nilai rerata konsentrasi yang paling tinggi yaitu 21,351 mg/kg daripada penggunaan HNO_3 p.a. saja dan 3 variasi pelarut (HNO_3 p.a., H_2SO_4 p.a. dan H_2O_2 p.a.). Hasil Uji *Annova* adalah F hitung (10215,006) > F tabel (5,14) yang menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan antara ketiga varians pelarut.
2. Waktu kestabilan terbaik dapat diketahui dengan hasil uji *Annova* pada hari ke-3 menuju hari ke-7 dengan hipotesis Ho-nya diterima yang menunjukkan adanya tidak terjadi hubungan yang linier antara variabel konsentrasi dengan waktu kestabilan atau terdapat perbedaan yang signifikan antara variabel waktu kestabilan dengan konsentrasi.
3. Kadar timbal (Pb) yang telah ditemukan pada kelima sampel permen keras berkisar antara 25,3 mg/Kg hingga 26,8 mg/Kg. Berdasarkan acuan Standar Nasional Indonesia (SNI) No. 3547.1:2008 kelima sampel permen tersebut tidak baik untuk dikonsumsi karena melebihi batas maksimum cemaran logam timbal (Pb) yaitu 2,0 mg/Kg. Hal ini bertolak belakang dengan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

anjuran mengkonsumsi makanan yang *Halalal Thayyiban* sebagaimana dalam al Qur'an Surat Al Maa'idah ayat 88.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan, penulis memberikan satran yang dapat digunakan sebagai acuan untuk penelitian lebih lanjut antara lain:

1. Perlu dilakukan penelitian dengan variasi komposisi antara sampel dengan larutan pendestruksi.
2. Perlu dilakukan penelitian dengan perbandingan metode destruksi basah antara metode tertutup dengan terbuka.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

DAFTAR PUSTAKA

Anderson, K. 1999. *Analytical Techniques for Inorganic Cintaminans*. Gaitherburg : AOAC International.

Anonymous. 2014. *Cermat Memilih Kemasan Pangan Untuk Menghindari Keracunan*. Diakses tanggal 25 Desember 2013.

Anonymous. 2014. *Tabel SNI Gula Keras.*(http://sisni.bsn.go.id/index.php?/sni_main/sni/detail_sni/). Diakses 30 April 2014.

Ad-Dimasyqi, I.2001.*Tafsir Ibnu Kasir Juz 7*. Bandung: Sinar Baru

Al Baqi, Muhammad Fuad Abd.1996.*al Mu'jam Mafahras li Alfadh al Qur'an al Karim.*Beirut: Daar al Hadits al Qahirah.

Al-Jazairi,A.2007.*Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar Jilid 2*.Jakarta: Darus Sunnah Press

Al-Maragi, A. 1992.*Tafsir Al-Maraghi Jilid 14*. Semarang: Toha Putra

Al Qalani, Abu Fajar.2003. *Ringkasan Ihya' Ulumuddin Imam Al Ghazali*. Surabaya:Gitamedia Press.

A. Apriantono, D. Fardiaz, N.L. Puspitasari, Sedarnawati, S. Budiyanto, 1989. *Analisis Pangan*. Institut Pertanian Bogor Press, Bogor.

Amelia Wulandari, Eka. Sukesi. 2013. *Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (Eucheuma Cottoni)*. Surabaya : ITS Press.

Arie, BS. 2008. *Analisis Instrument I*. http://www.openpdf.com (Diakses 16 Mei 2014).

Asmin, La Ode.2010. *Makalah Kapita Selekta Material Elektronik Spektrofotometri Serapan Atom (Ssa/Atomic Absorption Specktrophotometry)*.Kendari

Astawan, M, Prof. Dr. 2008. *Keunggulan Alumunium Foil & Logam.* (http://portal.cbn.net.id/cbprtl/cybermed/detail.aspx?x=Nutrition&y=cybershopping). Diakses tanggal 4 Desember 2013.

Badan Standarisasi Nasional, SNI 3547.1:2008. *Kembang Gula – Bagian 1 Keras.* Pusat Standarisasi Industri. Departemen Perindustrian, Jakarta.

Badan Standarisasi Nasional, SNI 3547.2:2008. *Kembang Gula – Bagian 2 Lunak.* Pusat Standarisasi Industri. Departemen Perindustrian, Jakarta.

Buckle,K.A., R.A Edwards, G.H.Fleet, dan M.wootton. 1989. *Ilmu Pangan*.UI Press. Jakarta.

Burgess, C. 2000. *Valid Analytical Methods and Procedures.* UK: The Royal Society of Chemistry.

Cahyadi, W. 2004. *Bahaya Pencemaran Timbal pada Makanan dan Minuman.* (Http://www.pikiran-rakyat.com) (diakses 12 Mei 2013)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Christian, G.D., 2004, Analytical Chemistry, John Wiley & Sons, Inc. USA.

Day and Underwood. 2002. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga.

Departemen Perindustrian (Direktorat Jenderal Industri Kecil Menengah). 2007. *Kemasan Flexibel*. Jakarta.

Erawati. (2003). *Pengaruh Variasi Asam Pendestruksi Terhadap Kadar Logam Berat (Timbal, Tembaga, dan Zink) dalam Gaplek. Skripsi*. FMIPA UNY

Fabry, P. 1992. *Food Processing Technology.* The AVI Pubj. Co. Inc., Westport Conecticut.

Fifield, F. W., & Kealey, D. 2000. *Priciples and Practice of Analytical Chemistry*. London: University of Kingston.

Felys Ratna Dewi. (2005). *Pengaruh Jenis Asam Pendestruksi Terhadap Kadar Logam Berat Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu) dalam Ikan. Skripsi*. FMIPA UNY.

Ganjar, G. & Rohman, A. 2007. *Kimia farmasi Analisis.* Yogyakarta:Pustaka Pelajar.

Horwitz, W. 1975. *Official Methods of Association of Officials Analytical Chemistry.* 12thed.New York: McGraw-Hill.

Jackson, E. B. 1995. *Sugar Confectionery Manufacture 2nded*. Blackie Academic and Professional, London.

Julianti, Elisa. 2006.*Teknologi Pengemasan*. Sumatera:Universitas Sumatera Utara.

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

Koswara, Ir. Sutrisno. 2009. *Teknologi Pembuatan Permen*. E-book.

Kristianingrum,Susila.2012. *Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel Dan Efeknya.* Yogyakarta: Jurusan Pendidikan Kimia FMIPA UNY.

Mika Wulan Sari, Siti Sulastri, dan Susila Kristianingrum. (2004). *Pengaruh Perendaman Pasir Malelo dengan HCl dan H2SO4 Terhadap Efisiensi Penjerapan Kromium.*

Min kao, Ya.2012. *A Review on Safety Inspection and Research of Plastic Food Packaging Materials in Taiwan*. Taiwan: Food and Drug Administration, Departement of Health.

Moran, L. and Masciangioli, T. (2010). *Chemical Laboratory Safety and Security A Guide to Prudent Chemical Management*. Washington DC: The National Academies Press.

Murtini, Rum Hastuti, Gunawan. *Efek Destruksi Terhadap Penentuan Kadar Cu(II) Dalam Air Sumur, Air Laut Dan Air Limbah Pelapisan Krom Menggunakan AAS*.Jurnal RisetMurty pdf. Semarang:FMIPA UNDIP.

Namik K. Aras, O. Dan Ataman, Yavuz. (2006). *Trace Element Analysis of Food and Diet*. The Royal Society of Chemistry:Cambridge. Hal 66-67

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Piorek, Stan.etc. 2004. *Feasibility of Analysis and Screening of Plastics for Heavy Metals with Portable X-ray Fluorescence Analyser with Miniture X-ray Tube.*

Poedjiadi, A. 2004. *Dasar-Dasar Biokimia*. Jakarta : UI Pres

Priyambodo, B. 2011. *Validasi Metode Analisa*. http://priyambodo71.wordpress.com/(Diakses 12 Mei 2014).

Raimon. (1993). *Perbandingan Metoda Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom.* Lokakarya Nasional.Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia: Yogyakarta.

Reilly, C. (1980). Metal *Contamination of Food*. London: Aplied Science Published Ltd.

Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.

Skoog, D.A. 1985. *Principles of Instrumental Analysis*. USA: CBS College Publishing.

Sumardi. (1981). *Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn Dalam Contoh-Contoh Biologis*. Proseding Seminar Nasional Metode Analisis. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI.

Suprayatmi, M. 2011. *Makanan Dalam Pandangan Islam.* http://muslimahbelinda.blogspot.com (Diakses 13 Mei 2014).

Suyitno. 1990. *Bahan-Bahan Pengemas*. Yogyakarta: UGM.

Syahputra, R. 2004. *Modul Pelatihan Instrumental AAS*. Yogyakarta: UII Press.

Syarief, R., S.Santausa, St.Ismayana B. 1989. *Teknologi Pengemasan Pangan. Laboratorium Rekayasa Proses Pangan, PAU Pangan dan Gizi*. Bogor:IPBPress.

Winarno, F.G. 1990. *Migrasi Monomer Plastik Ke Dalam Makanan. Di dalam : S.Fardiaz dan D.Fardiaz (ed), Risalah Seminar Pengemasan dan Transportasi dalam Menunjang Pengembangan Industri, Distribusi dalam Negeri dan Ekspor Pangan.* Jakarta.

Winarno, F.G. 1994. *Stearilisasi Komersial Produk Pangan.* Jakarta:Gramedia Pustaka Utama.

Van den Berg,C and S.Bruin, 1981. *Water Activity and Estimation in Food System*. In : L.B.Rockland and G. F.Stewart (ed). *Water Activity : Influences on Food Quality.* Academic Press, New York.

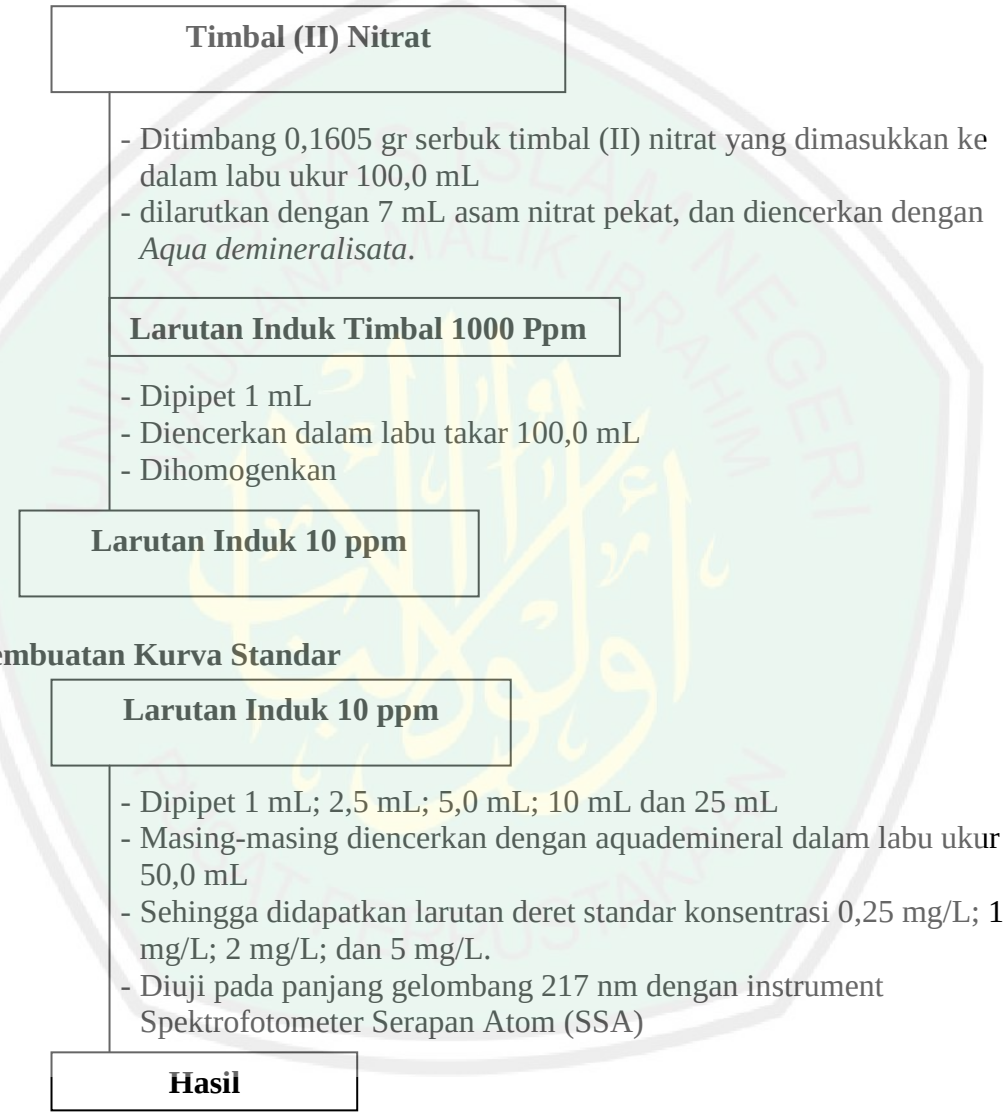
Vogel, 1990. *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: Kalman Media Pustaka.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LAMPIRAN

Lampiran 1 Diagram Alir

1. Pembuatan Larutan Induk Timbal



Pembuatan Kurva Standar

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. Preparasi Sampel Campuran

Permen

- Ditimbang masing-masing sampel permen bermerk A, B, C, D, dan E dengan neraca analitik
- Dicampur
- Ditumbuk hingga halus dan tercampur sempurna
- Sampel ini merupakan *fresh sampel* yang akan digunakan untuk analisis.

Sampel Campuran

3. Penentuan Oksidator Terbaik dengan menggunakaan Destruksi Basah Variasi Pelarut HNO3 p.a.

Sampel Campuran

- Ditimbang 5 gram sampel campuran
- Dimasukkan kedalam gelas beaker ukuran 100 mL
- Ditambahkan dengan 30 mL HNO_3 p.a. dan zat pendestruksi lain sesuai komposisi
- Dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 100^0C hingga volumenya menjadi setengah dari volume awal.
- Diamati apakah sudah jernih ataukah belum. Jika masih keruh, maka ditambahkan dengan 30 mL HNO_3 p.a. dan zat pendestruksi lainnya.
- Disaring dengan kertas saring Whatman no. 42 ke
- Dipindahkan kedalam labu takar 50 mL
- Diencerkan dengan menggunakan HNO_3 1 M hingga tanda batas. Larutan ini merupakan larutan sampel yang digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb pada sampel dengan menggunakan alat SSA.

Hasil

Perlakuan ini dilakukan 3 kali ulangan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. Penentuan Stabilitas Pb dalam Sampel dengan SSA

Larutan Hasil Destruksi Basah

- Larutan hasil destruksi basah disimpan dalam botol kaca berukuran 500 mL yang bertutup plastik
- Disimpan sampel selama hari ke-0, 1, 3, 7, 15, dan 30 dalam suhu kamar
- Pada hari analisis waktu kestabilan tersebut dilakukan uji kadar kontaminasi Timbal (Pb) dengan Spektrofotometer Serapan atom SSA) pada panjang gelombang 217 nm.
- Grafik penentuan kestabilan berisi sumbu y sebagai konsentrasi dan sumbu x adalah kestabilan hari

Hasil

Zat pendestruksi yang digunakan meliputi :

Berat Sampel (g)	Zat Pendestruksi	Larutan Pengencer
1	HNO_3 p.a. 30 mL	HNO_3 1 M
1	HNO_3 p.a. 22,5 mL dan H_2SO_4 p.a. 7,5 mL	HNO_3 1 M
1	HNO_3 20 mL, H_2SO_4 p.a 6,7 mL dan H_2O_2 3,3 mL	HNO_3 1 M

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

5. Analisa Kadar Logam Pb dalam Permen dengan Menggunakan Larutan Pendestruksi dan Waktu Kestabilan yang terbaik

Sampel

- Ditimbang 2 gram sampel permen
- Dimasukkan kedalam gelas beaker ukuran 100 mL
- Ditambahkan dengan larutan komposisi pendestruksi terbaik.
- Dipanaskan diatas hot plate dengan suhu 100 ^{0}C hingga volumenya berkurang setengahnya dari volume awal.
- Kemudian disaring dengan kertas saring Whatman no. 42 ke dalam labu takar 50 mL
- Diencerkan dengan menggunakan HNO_3 1 M hingga tanda batas.
- Disimpan pada suhu kamar dengan waktu kestabilan terbaik. Larutan hasil destruksi basah disimpan dalam botol kaca berukuran 500 mL yang bertutup plastik
- Larutan ini merupakan larutan sampel yang digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb pada sampel dengan menggunakan alat SSA pada panjang gelombang 217 nm.

Hasil

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran II : Perhitungan

I. Pembuatan Larutan untuk Kurva Standar dan Kurva Adisi Standar

a.) 1000 mg/l menjadi 10 mg/l dalam 100 mL aquades

$M_1xV_1 = M_2xV_2$

1000 mg/l x V_1 = 10 mg/l x 100 mL

$V_1 = \frac{10 \text{ mg/l x } 100 \text{ mL}}{1000 \text{ mg/l}}$

V_1 = 1 mL

b.) 10 mg/l Menjadi 0,50 mg/L dalam 50 mL aquades

$M_1xV_1 = M_2xV_2$

10 mg/l x V_1 = 0,50 mg/l x 50 mL

$V_1 = \frac{0{,}50 \text{ mg/l x } 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/l}}$

V_1 = 2,5 mL

c.) 10 mg/l menjadi 1,00 mg/L dalam 50 mL aquades

$M_1xV_1 = M_2xV_2$

10 mg/l x V_1 = 1,00 mg/l x 50 mL

$V_1 = \frac{1{,}00 \text{ mg/l x } 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/l}}$

V_1 = 5,0 mL

d.) 10 mg/l Menjadi 2,00 mg/L dalam 50 mL aquades

$M_1xV_1 = M_2xV_2$

10 mg/l x V_1 = 2,00 mg/l x 50 mL

$V_1 = \frac{2{,}00 \text{ mg/l x } 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/l}}$

V_1 = 10,0 mL

e.) 10 mg/l Menjadi 5,00 mg/L dalam 50 mL aquades

$M_1xV_1 = M_2xV_2$

10 mg/l x V_1 = 5,00 mg/l x 50 mL

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

$$V_1 = \frac{5{,}00 \text{ mg/l} \times 50 \text{ mL}}{10 \text{ mg/l}}$$

$V_1 =$ 25 mL

II. Pembuatan larutan HNO_3

$$\mathbf{M} = \frac{\% \times 10 \times \rho}{\mathbf{Mr}} = \frac{65 \times 10 \times 1{,}4}{63} = 14{,}4 \text{ M}$$

Pembuatan Larutan HNO_3 1 M dalam 1 liter

$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$14{,}4 \text{ M} \times V_1 = 1 \text{ M} \times 1000 \text{ mL}$

$V_1 = 69{,}5 \text{ mL}$

III. Energi Logam

$Pb = E = h \cdot \frac{C}{\lambda}$

$$E = \left(6{,}623 \; x \; 10^{-23} \frac{J}{s}\right) x \; \frac{(3 \; x \; 10^{8} \frac{m}{s})}{(217 \; x \; 10^{-9} \frac{m}{s})}$$

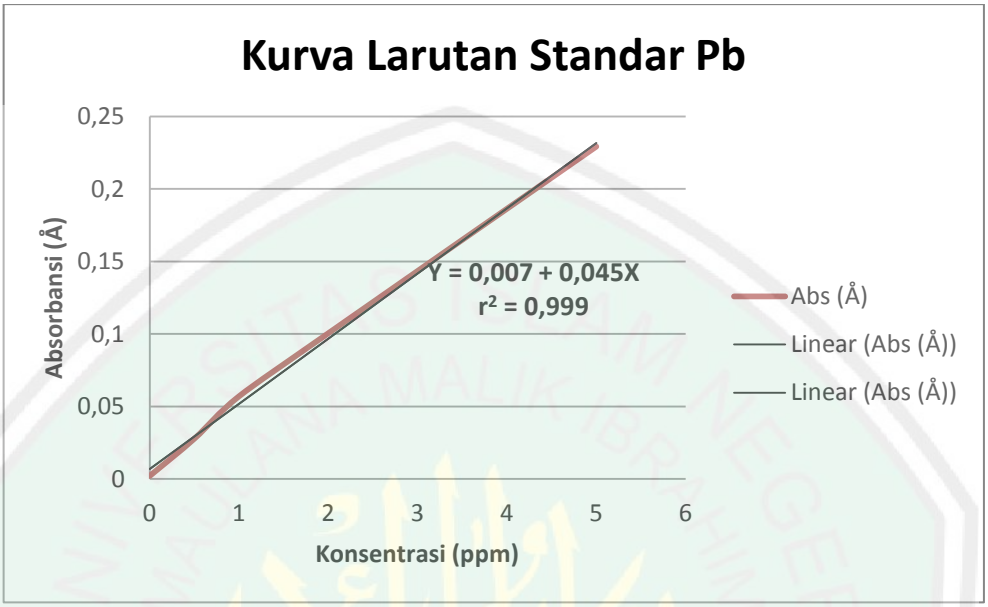
$E = 9{,}156221 \cdot 10^{-8}$ Joule

IV. Kurva Standar

Sampel	Konsentrasi (ppm)	Abs (Å)
Blanko	0,00	0,0021
Standar 1	0,50	0,0278
Standar 2	1,00	0,0570
Standar 3	2,00	0,1005
Standar 4	5,00	0,2292

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

V. Hasil Uji Liniearitas, Sensitivitas, dan Kecermatan



1. **Liniearitas dengan nilai r = 0,999**
2. **Sensitivitas dengan nilai slope (derajat kemiringan) = 0,045**
3. **Kecermatan cukup tinggi.**

VI. Hasil Uji LOD dan LOQ

	C(mg/L)	y	$\hat{y}$	(y-$\hat{y}$)	(y-$\hat{y}$)^2
Blanko	0,00	0,0021	0,007	-0,0049	0,00002401
Standar 1	0,50	0,0278	0,0295	-0,0017	0,00000289
Standar 2	1,00	0,0570	0,052	0,005	0,000025
Standar 3	2,00	0,1005	0,097	0,0035	0,00001225
Standar 4	5,00	0,2292	0,232	-0,0028	0,00000784
Jumlah					0,00007199
SD x/y					0,00424234
LOD					0,2828
LOQ					0,9427

Keterangan:

C : Konsentrasi (mg/L)

Y **:** Absorbansi

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

SD x/y **:** Standar Deviasi x/y

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

LOD : Limit of Detection

LOQ : Limit of Quantitation

a) SD x/y $= \sqrt{\sum ((y - \hat{y})^2) : (n - 1))}$

$= \sqrt{\sum (0{,}00007199) : (5 - 1))}$

$= 0{,}00424234$ mg/L

b) LOD $= \frac{3 \text{ X } SD\frac{x}{y}}{Slope}$

$= \frac{3 \text{ X } 0{,}00424234\frac{mg}{L}}{0{,}045}$

$= 0{,}2828$ mg/L

c) LOQ $= \frac{10 \text{ X } SD\frac{x}{y}}{Slope}$

$= \frac{10 \text{ X } 0{,}00424234 \text{ mg/L}}{0{,}045}$

$= 0{,}9427$ mg/L

VII. Hasil Uji Akurasi (98 – 102 % atau 100% ± 2%)

1. **0,50 mg/L**

   Y = 0,007 + 0,045X

   0,0278 = 0,007 + 0,045x

   0,00278 – 0,007 = 0,045x

   X = 0,462 mg/L

   % Recovery $= \frac{0{,}462\frac{mg}{L}}{0{,}50\frac{mg}{L}}$ x 100%

   = 92,45%

2. **1,00 mg/L**

   Y = 0,007 + 0,045X

   0,0570 = 0,007 + 0,045x

   0,0570 – 0,007 = 0,045x

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

X = 1,112 mg/L

% Recovery = $\frac{1{,}112\frac{mg}{L}}{1{,}00\frac{mg}{L}}$ x 100%

= 111%

3. **2,00 mg/L**

Y = 0,007 + 0,045X

0,1005 = 0,007 + 0,045x

0,1005 – 0,007 = 0,045x

X = 2,078 mg/L

% Recovery = $\frac{2{,}078\frac{mg}{L}}{2{,}00\frac{mg}{L}}$ x 100%

= 103,88%

4. **5,00 mg/L**

Y = 0,007 + 0,045X

0,2292 = 0,007 + 0,045x

0,2292 – 0,007 = 0,045x

X = 4,9378 mg/L

% Recovery = $\frac{4{,}9378\frac{mg}{L}}{5{,}00\frac{mg}{L}}$ x 100%

= 98,75%

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

VIII. PENENTUAN VARIASI PELARUT TERBAIK

a. Kadar Terbaca dalam Instrument

Ulangan	Variasi Pelarut		
	HNO_3 p.a. (mg/L)	HNO_3 p.a. : H_2SO_4p.a. (mg/L)	HNO_3p.a. : H_2SO_4p.a. : H_2O_2 p.a. (mg/L)
A	0,12	1,71	1,49
B	0,14	1,75	1,50
C	0,14	1,71	1,49

b. Kadar Sebenarnya

Ulangan	Variasi Pelarut		
	HNO_3 p.a. (mg/Kg)	HNO_3 p.a. : H_2SO_4p.a.(mg/Kg)	HNO_3p.a. : H_2SO_4p.a. : H_2O_2 p.a. (mg/Kg)
A	1,486	21,216	18,483
B	1,736	21,665	18,575
C	1,734	21,172	18,440

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

1. **Variasi 1 Pelarut (HNO_3 p.a. 30 mL)**

   a) Ulangan A

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

   C $= \frac{(0{,}12\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0189\ gr)}$

   C = 1,486 mg/kg

   b) Ulangan B

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

   C $= \frac{(0{,}14\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0161\ gr)}$

   C = 1,736 mg/kg

   c) Ulangan C

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

   C $= \frac{(0{,}14\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0181\ gr)}$

   C = 1,734 mg/kg

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. **Variasi 2 pelarut (HNO_3 p.a. : H_2SO_4p.a. = 3 : 1 = 22,5 mL : 7,5 mL)**

a) Ulangan A

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

$$C = \frac{(1{,}71\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0149\ gr)}$$

$$C = 21{,}216\ mg/kg$$

b) Ulangan B

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

$$C = \frac{(1{,}75\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0194\ gr)}$$

$$C = 21{,}665\ mg/kg$$

c) Ulangan C

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

$$C = \frac{(1{,}71\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0191\ gr)}$$

$$C = 21{,}172\ mg/kg$$

3. **Variasi 3 Pelarut (HNO_3p.a. : H_2SO_4p.a. : H_2O_2 p.a. = 3 : 2 : 1 = 20 mL : 6,7 mL : 3,3 mL)**

a) Ulangan A

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

$$C = \frac{(1{,}49\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0153\ gr)}$$

$$C = 18{,}483\ mg/kg$$

b) Ulangan B

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

$$C = \frac{(1{,}50\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0188\ gr)}$$

$$C = 18{,}575\ mg/kg$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

c) Ulangan C

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

C $= \frac{(1{,}49\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0200\ gr)}$

C = 18,440 mg/kg

IX. Penenetuan Stabilitas Konsentrasi Timbal (Pb) dalam Larutan dengan Variasi Pelarut Terbaik (2 Variasi Pelarut)

a. Kadar Terbaca Dalam Instrument

Ulangan	Waktu Kestabilan hari ke - (mg/L)				
	0	1	3	7	15
A	2,02	1,97	1,90	1,89	1,45
B	2,03	1,98	1,90	1,92	1,5
C	2,02	1,98	1,89	1,90	1,5

b. Kadar Sebenarnya

Ulangan	Waktu Kestabilan hari ke - (mg/Kg)				
	0	1	3	7	15
A	25,144	24,522	23,650	23,526	18,049
B	25,282	24,659	23,663	23,912	18,681
C	25,138	24,640	23,520	23,644	18,666

a) Hari Ke – 0

1. Ulangan A

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

C $= \frac{(2{,}02\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0084\ gr)}$

C = 25,144 mg/kg

2. Ulangan B

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

C $= \frac{(2{,}03\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0073\ gr)}$

C = 25,282 mg/kg

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Ulangan C

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

C $= \frac{(2{,}02\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0089\ gr)}$

C = 25,138 mg/kg

b) Hari Ke – 1

1. Ulangan A

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

C $= \frac{(1{,}97\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0084\ gr)}$

C = 24,522 mg/kg

2. Ulangan B

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

C $= \frac{(1{,}98\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0073\ gr)}$

C = 24,659 mg/kg

3. Ulangan C

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

C $= \frac{(1{,}98\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0089\ gr)}$

C = 24,640 mg/kg

c) Hari Ke – 3

1. Ulangan A

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

C $= \frac{(1{,}90\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0084\ gr)}$

C = 23,650 mg/kg

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. Ulangan C

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

C $= \frac{(1{,}90\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0073\ gr)}$

C = 23,663 mg/kg

3. Ulangan C

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

C $= \frac{(1{,}89\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0089\ gr)}$

C = 23,520 mg/kg

d) Hari ke – 7

1. Ulangan A

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

C $= \frac{(1{,}89\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0084\ gr)}$

C = 23,526 mg/kg

2. Ulangan B

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

C $= \frac{(1{,}92\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0073\ gr)}$

C = 23,912 mg/kg

3. Ulangan C

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

C $= \frac{(1{,}90\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0089\ gr)}$

C = 23,644 mg/kg

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

e) Hari ke – 15

1. Ulangan A

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

C $= \frac{(1{,}45\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0084\ gr)}$

C = 18,049 mg/kg

2. Ulangan B

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

C $= \frac{(1{,}50\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0073\ gr)}$

C = 18,681 mg/kg

3. Ulangan C

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

C $= \frac{(1{,}50\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0089\ gr)}$

C = 18,666 mg/kg

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

X. Penentuan Kadar Timbal (Pb) Pada Masing-Masing Sampel Permen Dengan Pelarut Terbaik

a) Sampel "XA"

1. Kadar Terukur Dalam Instrument

Ulangan	Kadar Terukur (mg/L)
XA_1	2,08
XA_2	2,11
XA_3	2,15

2. Kadar Sebenarnya

Ulangan	Kadar Sebenarnya (mg/Kg)
XA_1	25,957
XA_2	26,326
XA_3	26,821

1. Ulangan A

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

$$C = \frac{(2{,}08\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0033\ gr)}$$

$$C = 25{,}957\ mg/kg$$

2. Ulangan B

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

$$C = \frac{(2{,}11\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0037\ gr)}$$

$$C = 26{,}326\ mg/kg$$

3. Ulangan C

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

$$C = \frac{(2{,}15\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0040\ gr)}$$

$$C = 26{,}821\ mg/kg$$

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

2. Sampel "XB"

Ulangan	Kadar Terukur (mg/L)
XB_1	1,97
XB_2	2,10
XB_3	2,13

Ulangan	Kadar Sebenarnya (mg/Kg)
XB_1	24,567
XB_2	26,196
XB_3	26,558

1. Ulangan A

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

   C $= \frac{(1{,}97\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0047\ gr)}$

   C = 24,567 mg/kg

2. Ulangan B

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

   C $= \frac{(2{,}10\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0041\ gr)}$

   C = 26,196 mg/kg

3. Ulangan C

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

   C $= \frac{(2{,}13\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0050\ gr)}$

   C = 26,558 mg/kg

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. Sampel "XC"

Ulangan	Kadar Terukur (mg/L)
XC_1	2,04
XC_2	2,04
XC_3	2,01

Ulangan	Kadar Sebenarnya (mg/Kg)
XC_1	25,459
XC_2	25,445
XC_3	25,076

1. Ulangan A

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

   C $= \frac{(2{,}04\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0032\ gr)}$

   C = 25,459 mg/kg

2. Ulangan B

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

   C $= \frac{(2{,}04\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0043\ gr)}$

   C = 25,445 mg/kg

3. Ulangan C

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

   C $= \frac{(2{,}01\ mg/L)x\ 25}{(2{,}0039\ gr)}$

   C = 25,076 mg/kg

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

4. Sampel "XD"

Ulangan	Kadar Terukur (mg/L)
XD_1	2,16
XD_2	2,16
XD_3	2,13

Ulangan	Kadar Sebenarnya (mg/Kg)
XD_1	26,978
XD_2	26,981
XD_3	26,601

1. Ulangan A

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

   C $= \frac{(2{,}16\ mg/L) x\ 25}{(2{,}0016\ gr)}$

   C = 26,978 mg/kg

2. Ulangan B

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

   C $= \frac{(2{,}16\ mg/L) x\ 25}{(2{,}0014\ gr)}$

   C = 26,981 mg/kg

3. Ulangan C

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

   C $= \frac{(2{,}13\ mg/L) x\ 25}{(2{,}0018\ gr)}$

   C = 26,601 mg/kg

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

5. Sampel "XE"

Ulangan	Kadar Terukur (mg/L)
XE_1	2,13
XE_2	2,14
XE_3	2,14

Ulangan	Kadar sebenarnya (mg/Kg)
XE_1	26,607
XE_2	26,711
XE_3	26,709

1. Ulangan A

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

   C $= \frac{(2{,}13\ mg/L) x\ 25}{(2{,}0013\ gr)}$

   C = 26,607 mg/kg

2. Ulangan B

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

   C $= \frac{(2{,}14\ mg/L) x\ 25}{(2{,}0029\ gr)}$

   C = 26,711 mg/kg

3. Ulangan C

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

   C $= \frac{(2{,}14\ mg/L) x\ 25}{(2{,}0030\ gr)}$

   C = 26,709 mg/kg

Larutan asam nitrat, HNO_3 pekat (65%, BJ 1,4)

HNO_3 0,1 N

Encerkan 7 mL HNO_3 pekat dengan air suling bebas mineral dalam labu ukur 1000 mL dan diencerkan hingga tanda batas.

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran III : **ANALISIS DATA SPSS 20**

1. ANALISIS KURVA STANDAR Pb

Regression

[DataSet3] KURVA STANDAR LARUTAN STANDAR Pb

Descriptive Statistics

	Mean	Std. Deviation	N
ABSORBANSI	,083320	,0893701	5
KONSENTRASI	1,7000	1,98746	5

ANOVA[a]

Model		Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	,032	1	,032	1333,407	,000[b]
	Residual	,000	3	,000		
	Total	,032	4			

a. Dependent Variable: ABSORBANSI

b. Predictors: (Constant), KONSENTRASI

Coefficients[a]

Model		Unstandardized Coefficients		Standardized Coefficients	T	Sig.
		B	Std. Error	Beta		
1	(Constant)	,007	,003		2,301	,105
	KONSENTRASI	,045	,001	,999	36,516	,000

a. Dependent Variable: ABSORBANSI

2. Penentuan Variasi Pelarut (Oksidator Terbaik)

Descriptives

Konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
1	3	1,65200	,143764	,083002	1,29487	2,00913	1,486	1,736
2	3	21,35100	,272820	,157513	20,67328	22,02872	21,172	21,665
3	3	18,49933	,068966	,039818	18,32801	18,67065	18,440	18,575
Total	9	13,83411	9,221002	3,073667	6,74622	20,92200	1,486	21,665

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ANOVA

Konsentrasi

			Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	(Combined)		680,015	2	340,008	10215,006	,000
	Linear Term	Contrast	425,749	1	425,749	12790,973	,000
		Deviation	254,266	1	254,266	7639,040	,000
Within Groups			,200	6	,033		
Total			680,215	8			

Homogeneous Subsets

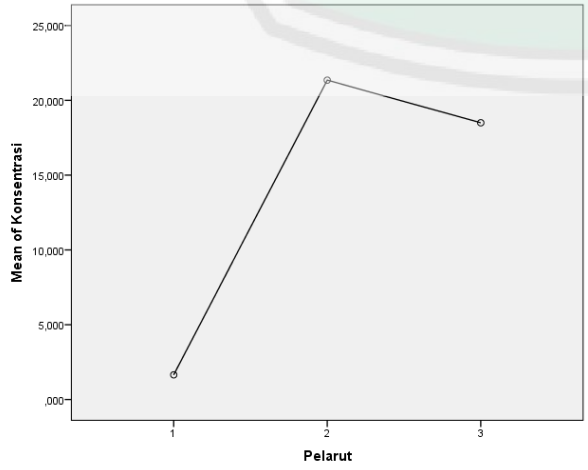
Konsentrasi

	Pelarut	N	Subset for alpha = 0.05		
			1	2	3
Tukey HSD[a]	1	3	1,65200		
	3	3		18,49933	
	2	3			21,35100
	Sig.		1,000	1,000	1,000
Tukey B[a]	1	3	1,65200		
	3	3		18,49933	
	2	3			21,35100
Duncan[a]	1	3	1,65200		
	3	3		18,49933	
	2	3			21,35100
	Sig.		1,000	1,000	1,000

Means for groups in homogeneous subsets are displayed.

a. Uses Harmonic Mean Sample Size = 3,000.

Means Plots



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

3. WAKTU KESTABILAN TIMBAL (Pb) DALAM LARUTAN SAMPEL

Descriptives

Konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
Waktu Kestabilan Hari Ke-0 [Kestabilan]	3	25,18800	,081462	,047032	24,98564	25,39036	25,138	25,282
Waktu Kestabilan Hari Ke-1 [Kestabilan]	3	24,60700	,074223	,042852	24,42262	24,79138	24,522	24,659
Waktu Kestabilan Hari Ke-3 [Kestabilan]	3	23,61100	,079076	,045654	23,41456	23,80744	23,520	23,663
Waktu Kestabilan Hari Ke-7 [Kestabilan]	3	23,69400	,197798	,114199	23,20264	24,18536	23,526	23,912
Waktu Kestabilan Hari Ke-15 [Kestabilan]	3	18,46533	,360633	,208212	17,56947	19,36120	18,049	18,681
Total	15	23,11307	2,486352	,641973	21,73617	24,48996	18,049	25,282

ANNOVA hari ke - 0 menuju ke - 1

[DataSet0]

Descriptives

Konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
0	3	25,18800	,081462	,047032	24,98564	25,39036	25,138	25,282
1	3	24,60700	,074223	,042852	24,42262	24,79138	24,522	24,659
Total	6	24,89750	,325770	,132995	24,55563	25,23937	24,522	25,282

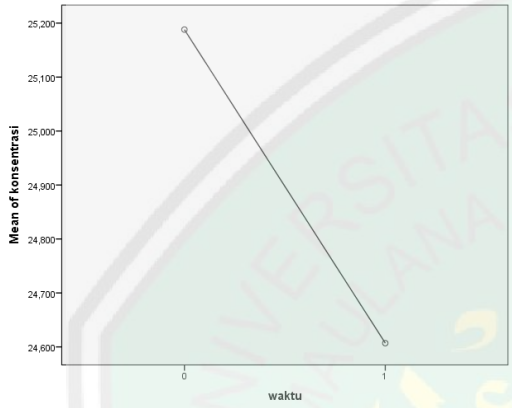
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ANOVA

konsentrasi

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	,506	1	,506	83,383	,001
Within Groups	,024	4	,006		
Total	,531	5			

Means Plots



ANNOVA hari ke 1 menuju hari ke 3

Descriptives

Konsentrasi

	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
1	3	24,60700	,074223	,042852	24,42262	24,79138	24,522	24,659
3	3	23,61100	,079076	,045654	23,41456	23,80744	23,520	23,663
Total	6	24,10900	,549827	,224466	23,53199	24,68601	23,520	24,659

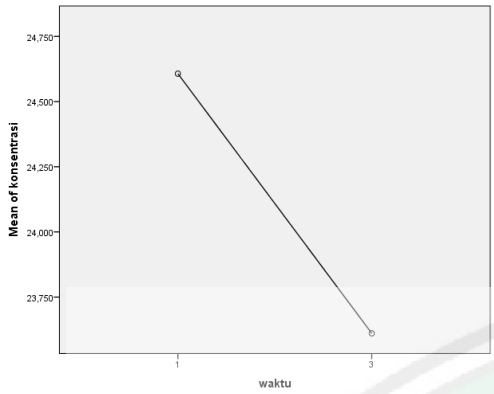
ANOVA

Konsentrasi

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	1,488	1	1,488	253,022	,000
Within Groups	,024	4	,006		
Total	1,512	5			

Means Plots

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG



ANNOVA hari ke - 3 menuju hari ke-7

Descriptives

Konsentrasi

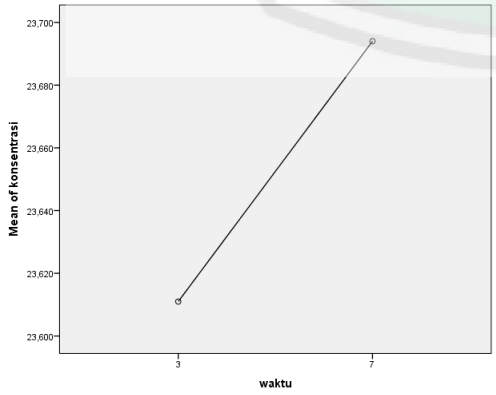
	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
3	3	23,61100	,079076	,045654	23,41456	23,80744	23,520	23,663
7	3	23,69400	,197798	,114199	23,20264	24,18536	23,526	23,912
Total	6	23,65250	,142188	,058048	23,50328	23,80172	23,520	23,912

ANOVA

Konsentrasi

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	,010	1	,010	,455	,537
Within Groups	,091	4	,023		
Total	,101	5			

Means Plots



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

ANNOVA hari ke 7 menuju hari ke - 15

Descriptives

Konsentrasi

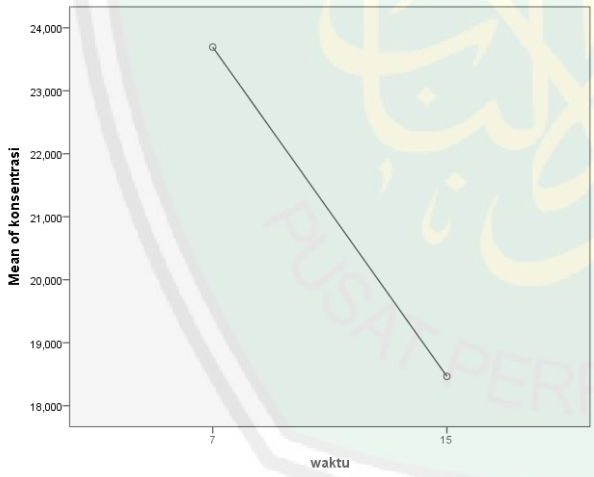
	N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum
					Lower Bound	Upper Bound		
7	3	23,69400	,197798	,114199	23,20264	24,18536	23,526	23,912
15	3	18,46533	,360633	,208212	17,56947	19,36120	18,049	18,681
Total	6	21,07967	2,875649	1,173979	18,06186	24,09748	18,049	23,912

ANOVA

Konsentrasi

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	41,008	1	41,008	484,790	,000
Within Groups	,338	4	,085		
Total	41,347	5			

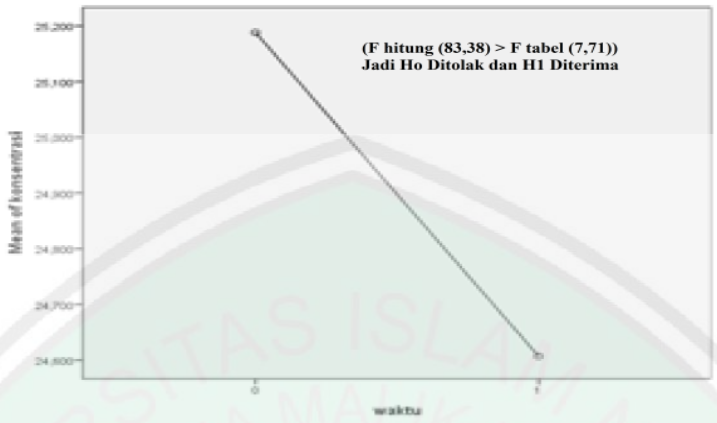
Means Plots



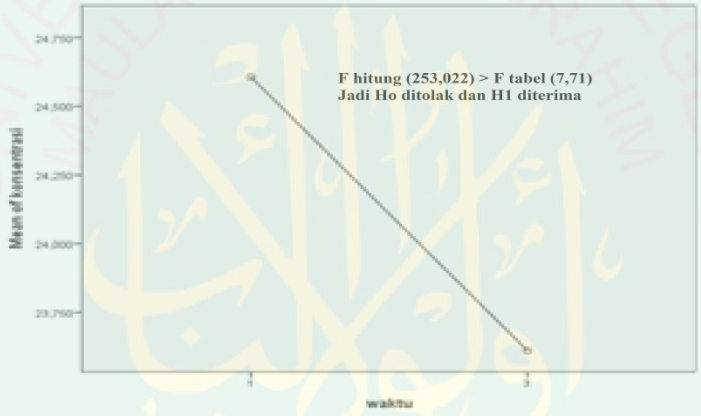
CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Grafik Mean plot konsentrasi hasil uji *Annova* pada masing-masing waktu kestabilan.

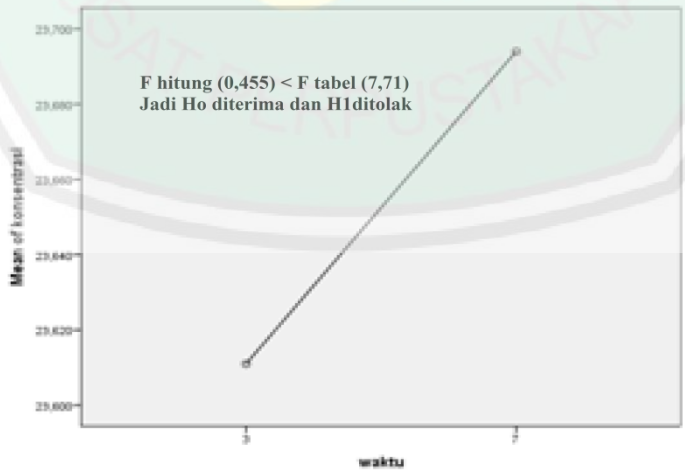
GRAFIK HASIL UJI ANNOVA WAKTU KESTABILAN HARI KE-0 MENUJU HARI KE-1



GRAFIK HASIL UJI ANNOVA WAKTU KESTABILAN HARI KE-1 MENUJU HARI KE-3

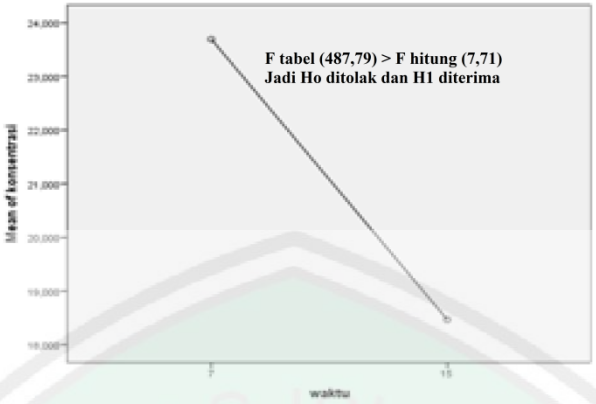


GRAFIK HASIL UJI ANNOVA WAKTU KESTABILAN HARI KE-3 MENUJU HARI KE-7



CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

GRAFIK HASIL UJI ANNOVA WAKTU KESTABILAN HARI KE-7 MENUJU HARI KE-15



4. PENENTUAN KADAR MASING-MASING SAMPEL

Descriptive Statistics

	N	Mean	Std. Deviation	Minimum	Maximum
KONSENTRASI	15	26,19947	,741611	24,567	26,981
JENIS	15	3,00	1,464	1	5

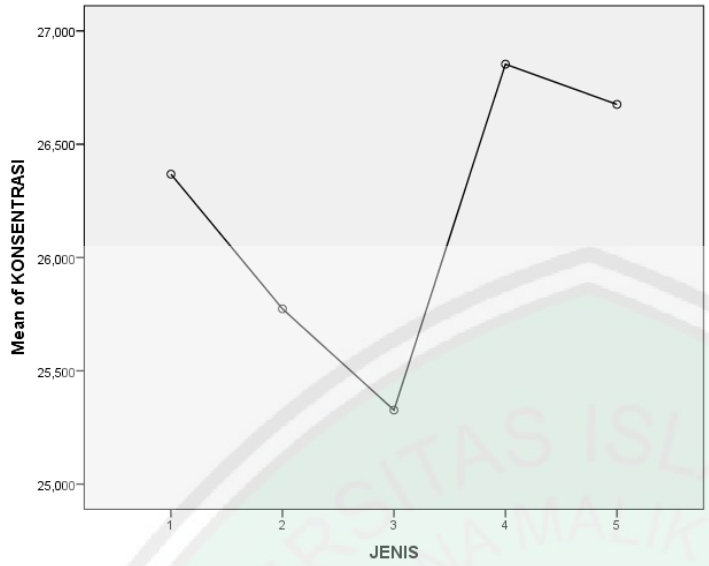
Descriptives

KONSENTRASI

		N	Mean	Std. Deviation	Std. Error	95% Confidence Interval for Mean		Minimum	Maximum	Between-Component Variance
						Lower Bound	Upper Bound			
1		3	26,36800	,433529	,250298	25,29106	27,44494	25,957	26,821	
2		3	25,77367	1,060563	,612316	23,13908	28,40825	24,567	26,558	
3		3	25,32667	,217197	,125398	24,78712	25,86621	25,076	25,459	
4		3	26,85333	,218532	,126170	26,31047	27,39620	26,601	26,981	
5		3	26,67567	,059475	,034338	26,52792	26,82341	26,607	26,711	
Total		15	26,19947	,741611	,191483	25,78878	26,61016	24,567	26,981	
Model	Fixed Effects			,531264	,137172	25,89383	26,50510			
	Random Effects				,285114	25,40786	26,99107			,312369

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Means Plots



Regression Kadar Masing-Masing Sampel

Model Summary[b]

Model	R	R Square	Adjusted R Square	Std. Error of the Estimate	Durbin-Watson
1	,335[a]	,112	,044	,725253	2,043

a. Predictors: (Constant), JENIS

b. Dependent Variable: KONSENTRASI

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Lampiran IV : Lampiran Dokumentasi

Gambar 1. Alat dan bahan

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

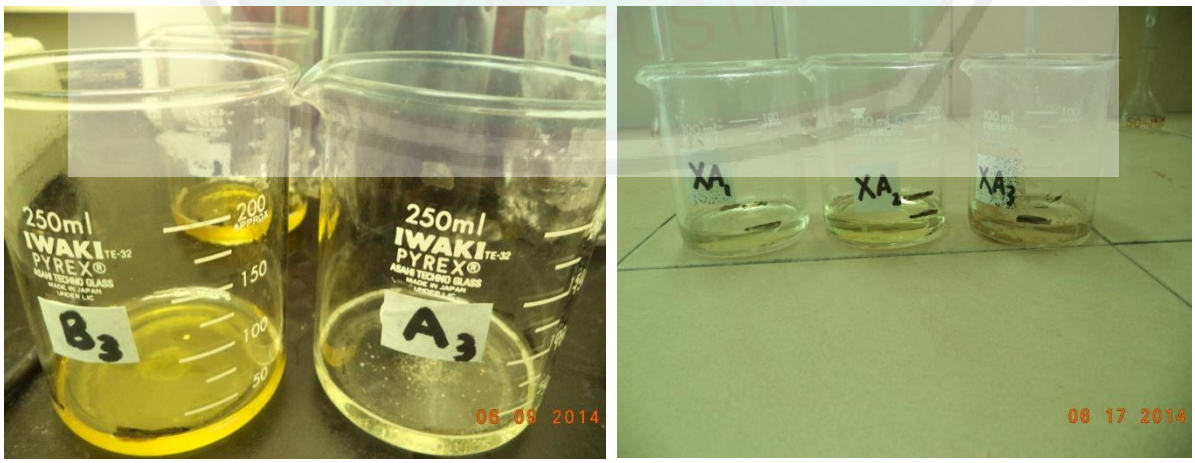
Gambar 2. Preparasi Sampel

Gambar 3. Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Gambar 4. Optimalisasi Instrument Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

Gambar 5. Proses awal destruksi berlangsung



Gambar 6. Proses destruksi berakhir

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG

Gambar 7. Proses penyaringan hasil destruksi

Gambar 8. Proses pengenceran filtrat hasil penyaringan

Gambar 9. Proses penyimpanan sampel larutan hasil destruksi pada suhu kamar dengan botol kaca bernutup plastik

CENTRAL LIBRARY OF MAULANA MALIK IBRAHIM STATE ISLAMIC UNIVERSITY OF MALANG