

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **A. Kesimpulan**

Hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa :

1. Kadar timbal (Pb) tidak dapat ditetapkan dalam buah anggur merah, karena alat Spektrofotometri Serapan Atom kurang sensitif.
2. Destruksi basah lebih efektif diterapkan untuk buah anggur merah daripada destruksi kering.
3. Kadar logam timbal (Pb) pada buah anggur merah tidak dapat dibandingkan dengan syarat baku mutu SNI Nomor 7387-2009.

#### **B. Saran**

Berdasarkan hasil penelitian penulis menyarankan agar dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap perbedaan zat pengoksidasi dalam sampel sehingga dapat mengetahui zat pengoksidasi terbaik yang digunakan untuk analisis logam berat timbal (Pb).

## DAFTAR PUSTAKA

- Agustina, T. (2014). *Kontaminasi Logam Berat pada Makanan dan Dampaknya pada Kesehatan*. Jurnal Teknologi Busana dan Boga.
- Apriyanto. (1989). *Petunjuk Laboratorium: Analisis Pangan* (Vol. Hal. 16-19). IPB: Depdikbud, Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Pusat Antar Universitas Pangan dan Gizi.
- Aurina, I. I., Sahrudin, & Karma, I. (2017). Identifikasi Kadar Timbal (Pb) pada Buah Apel (Malus pumila) yang Dijual Dipasar Tradisional Se-Kota Kendari. *JIMKESMAS*, 250-731X.
- Broekaert, J. A. (2002). *Analytical Atomic Spectrometry With Flames And Plasmas*. Germany: Wiley-VCH.
- Darmono. (1995). *Logam dan Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia.
- Feinberg, M. (1980). High Temperature Dry Ashing of Food for Atomic Absorption Spectrometric Determination of Lead, Cadmium and Copper. *France Journal of Anal. Chem.*, 52. 207-209.
- Fernanda. (2012). *Studi Kandungan logam berat timbal, nikel, kromium, dan kadmium pada kerang hijau (Pernaviridis) dan sifat fraksionasinya pada sedimen laut*. Depok: Universitas Indonesia. Skripsi.
- Gandjar, I. G., & Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Belajar.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. 1. NO.3. Desember 2004. 117-135.
- Manik, E. (2006). *Produk Olahan Susu*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Maria, S. (2010). Penentuan Kadar Logam Besi (Fe) dalam Tepung Gandum dengan Cara Destruksi Basah dan Destruksi Kering dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Sumatera Utara*.
- Nurchahyo, E. (1999). *Anggur dalam Pot*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Raimon. (1993). *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Lokakarya Nasional*. Yogyakarta: Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia.

- Riyanto. (2014). *Validasi dan Verifikasi Metode Uji: sesuai Dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish.
- Setiadi. (2005). *Bertanam Anggur*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Setiadi. (2007). *Konsep dan Penulisan Riset Keperawatan*. Yogyakarta: Cetakan Pertama. Graha Ilmu.
- SNI. (2009). *SNI Nomor 7387-2009 Tentang Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan. Badan Standarisasi Nasional. ICS.68.220.20*. Jakarta.
- Sugihartini, N. F. (2014). Validasi Metode Analisa Penetapan Kadar Epigallocatekin Galat dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Jurnal Farmasi*, 4(2), 111-115.
- Svehla, G. (1990). *Vogel: Buku teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: Kalman Media Pustaka.
- Szkoda, J. &. (2005). Determination of Lead and Cadmium in Biological Material by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry Method. *National Veterinary Research*, 49: 89-92.
- Trisunaryanti, W. M. (2002). Study of Matrix Effect on The Analysis of Ni and d by AAS in The Destruats of Hidrocracking Catalysts using Aqua Regia and H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. *Journal of Chemistry*, 2 (3): 177-185.
- Van Loon, J. (1980). *Analytical Atomic Absorbtion Spectroscopy*. Canada: Departemen of Geologi and Chemistry, Universitas Toronto.
- Vandecasteele, C., & Block, C. B. (1993). *Modern Metode For Trace Elements Determination Ion*. Inggris: John Willy Dan Sons.
- Watson, D. (2010). *Analisis Farmasi*. Jakarta: EGC.
- Welz, B., & Sperling, M. (2005). *Atomic Absorption Spectrometry* (3rd ed.). Germany: Wiley-VCH.
- Widowati, W. (2008). *Efek Toksik Logam*. Yogyakarta: Penerbit Andi.
- Winarna, R. S. (2015). *Analisis Kandungan Timbal pada Buah Apel yang Diperjualkan Dipinggir Jalan kota Palu Menggunakan Metode SSA*. Online Jurnal of Natural Science Vol 4(1).
- Winarno. (2004). *Kimia Pangan dan Gizi*. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- Xia, E.-Q., Deng, G.-F., Guo, Y.-J., & Li, H.-B. (2010). *Biological Activities of Polyphenol from Grapes*. Int. J: Mol. Sci.

**L**

**A**

**M**

**P**

**I**

**R**

**A**

**N**

## Lampiran 1. Hasil Determinasi Buah Anggur Merah



KEMENTERIAN RISET, TEKNOLOGI DAN PENDIDIKAN TINGGI  
UNIVERSITAS SEBELAS MARET  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
**LAB. PROGRAM STUDI BIOLOGI**  
Jl. Ir. Sutami 36A Kentingan Surakarta 57126 Telp. (0271) 663375 Fax (0271) 663375  
<http://www.biology.mipa.uns.ac.id>, E-mail [biologi@mipa.uns.ac.id](mailto:biologi@mipa.uns.ac.id)

Nomor : 018/UN27.9.6.4/Lab/2019  
Hal : Hasil Determinasi Tumbuhan  
Lampiran : -  
Nama Pemesan : Ista Grafilia Hernika  
NIM : 28161409C  
Alamat : Program Studi D3 Analis Farmasi dan Makanan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi Surakarta

### HASIL DETERMINASI TUMBUHAN

Nama Sampel : *Vitis vinifera* L.  
Familia : Vitaceae

Hasil Determinasi menurut C.A. Backer & R.C. Bakhuizen van den Brink, Jr. (1963; 1965) :  
1b-2b-3b-4b-12b-13b-14b-17b-18b-19b-20b-21b-22b-23b-24b-25b-26b-27a-28b-29b-30b-31a-32a-33a-34a-35a-36d-37b-38b-39b-41b-42b-44b-45b-46e-50b-51b-53b-54b-56b-57b-58b-59d-72b-73b-74a-75b-76a-77a-78b-103c-104b-106b-107a-108b-109a-110b-115a-116b-117b-118a **132. Vitaceae**  
1a-2b-3a **1. Vitis**  
1b **Vitis vinifera** L.

#### Deskripsi Tumbuhan :

Habitus : perdu menjalar, tahunan, tinggi 8-20 m. Akar : tunggang, putih kotor atau putih kekuningan. Batang : silindris, berkayu, mempunyai sulur dahan yang berhadapan dengan daun, bercabang, setiap buku batang mempunyai mata tunas, permukaan halus, kulit batang yang masih muda berwarna hijau tetapi setelah tua berubah hijau kecokelat-cokelatan atau cokelat. Daun : tunggal, berseling, bulat hingga lonjong, panjang 10-16 cm, lebar 5-8 cm, helaian daun tipis tegar, pangkal berlekuk, tepi berlekuk menjari dan bergigi runcing, ujung runcing, pertulangan daun menjari, permukaan berambut, warna hijau; tangkai daun panjang, panjang  $\pm$  10 cm, warna cokelat. Bunga : majemuk, bentuk malai, berhadapan dengan daun, kuning-hijau; kelopak bunga berjumlah 5, bentuk mangkok, ujung romping, warna hijau; mahkota bunga berjumlah 5, panjang 2-5 mm, ujung berlekatan, warna kuning. Buah : buni, bulat hingga lonjong, panjang 6-25 mm, warna merah tua kehitaman, permukaan halus dan gundul, masam hingga manis. Biji : 3-4, kecil, lonjong, coklat muda.

Surakarta, 1 Maret 2019

Kepala Lab Program Studi Biologi

Dr. Tetri Widiyani, M.Si.  
NIP. 19711224 200003 2 001

Penanggungjawab  
Determinasi Tumbuhan

Suratman, S.Si., M.Si.  
NIP. 19800705 200212 1 002

Mengetahui  
Kepala Program Studi Biologi FMIPA UNS  
Dr. Ratna Setyaningsih, M.Si.  
NIP. 19660714 199903 2 001

## Lampiran 2. Perhitungan Pembuatan Larutan Standart

1. Pembuatan Stok Larutan Standart Logam Berat Timbal (Pb) 100 ppm 25 mL

$$(V \times C) 1000 \text{ ppm} = (V \times C) 100 \text{ ppm}$$

$$V \times 1000 \text{ ppm} = 25 \times 100 \text{ ppm}$$

$$V = 2,5 \text{ mL}$$

Jadi, memipet sebanyak 2,5 mL larutan standart Pb 1000 ppm ke dalam labu takar 25 mL kemudian ditambahkan aquabides sampai tanda batas.

2. Pembuatan seri konsentrasi larutan standart logam berat timbal (Pb)
  - a. Pembuatan larutan standart logam berat timbal (Pb) 2 ppm

$$(V \times C) 100 \text{ ppm} = (V \times C) 2 \text{ ppm}$$

$$V \times 100 \text{ ppm} = 50 \times 2 \text{ ppm}$$

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

- b. Pembuatan larutan standart logam berat timbal (Pb) 3 ppm

$$(V \times C) 100 \text{ ppm} = (V \times C) 3 \text{ ppm}$$

$$V \times 100 \text{ ppm} = 50 \times 3 \text{ ppm}$$

$$V = 1,5 \text{ mL}$$

- c. Pembuatan larutan standart logam berat timbal (Pb) 4 ppm

$$(V \times C) 100 \text{ ppm} = (V \times C) 4 \text{ ppm}$$

$$V \times 100 \text{ ppm} = 50 \times 4 \text{ ppm}$$

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

d. Pembuatan larutan standart logam berat timbal (Pb) 5 ppm

$$(V \times C) 100 \text{ ppm} = (V \times C) 5 \text{ ppm}$$

$$V \times 100 \text{ ppm} = 50 \times 5 \text{ ppm}$$

$$V = 2,5 \text{ mL}$$

e. Pembuatan larutan standart logam berat timbal (Pb) 10 ppm

$$(V \times C) 100 \text{ ppm} = (V \times C) 10 \text{ ppm}$$

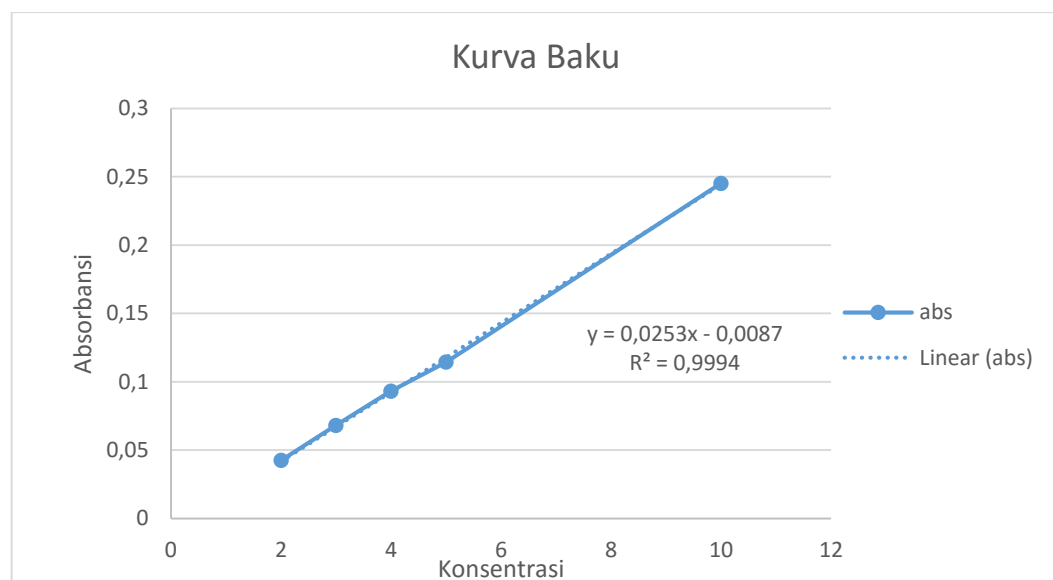
$$V \times 100 \text{ ppm} = 50 \times 10 \text{ ppm}$$

$$V = 5 \text{ mL}$$

### Lampiran 3. Kurva Baku Logam Berat Timbal (Pb)

Tabel 1. Kurva Baku Logam Berat Timbal (Pb)

Konsentrasi	Absorbansi	
2	0,0425	a = -0,00874
3	0,0682	
4	0,0932	b = 0,025299
5	0,1144	r = 0,999714
10	0,2452	



Gambar 1. Grafik Kurva Baku Timbal (Pb)



#### Lampiran 4. Perhitungan Kadar Logam Berat Timbal (Pb)

Tabel 3. Hasil perhitungan destruksi basah dan kering

Sampel	Berat Sampel (kg)	Absorbansi	C regresi (mg/L)	Kadar (mg/kg)	Rata-rata (mg/kg)	SD
B1	0,0010353	0,0002	0,3538	17,0868	17,1356	0,0847
B2	0,0010626	0,0005	0,3652	17,1843		
K1	0,0009994	Tidak terdeteksi	-	-	-	-
K2	0,0009990		-	-	-	-

Keterangan : b = destruksi basah ; k = destruksi kering

#### Perhitungan Kadar Pada Metode Destruksi Basah

a. Replikasi 1

Diketahui absorbansi : 0,0002

Berat sampel : 0,0010353 kg

Volume pembuatan : 0,05 L

Persamaan kurva kalibrasi :  $y = a + b.x$

$$y = a + b.x$$

$$0,0002 = -0,00874 + 0,025299x$$

$$x = \frac{0,0002 + 0,00874}{0,025299}$$

$$= 0,3538 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar sampel} = \frac{\text{Conc (mg/L)} \times f.\text{pengenceran} \times f.\text{pembuatan (L)}}{\text{berat sampel (kg)}}$$

$$= \frac{0,3538 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 1 \times 0,05}{0,0010353}$$

$$= 17,0868 \text{ mg/kg}$$

## b. Replikasi 2

Diketahui absorbansi : 0,0005

Berat sampel : 0,0010626 kg

Volume pembuatan : 0,05 L

Persamaan kurva kalibrasi :  $y = a + b.x$

$$y = a + b.x$$

$$0,0005 = -0,00874 + 0,025299x$$

$$x = \frac{0,0005 + 0,00874}{0,025299}$$

$$= 0,3652 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar sampel} = \frac{\text{Conc (mg/L)} \times f.\text{pengenceran} \times f.\text{pembuatan (L)}}{\text{berat sampel (kg)}}$$

$$= \frac{0,3652 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 1 \times 0,05}{0,0010626}$$

$$= 17,1843 \text{ mg/kg}$$

$$\text{Kadar rata-rata Pb dalam sampel} = \frac{17,0868 + 17,1843}{2}$$

$$= 17,1356 \text{ mg/kg}$$

## Lampiran 5. Data dan Perhitungan Presisi

Tabel 5. Data Hasil Perhitungan Presisi

Replikasi	Absorbansi	x	xr	(x-xr) <sup>2</sup>	Sd	Cv (%)
1	0,1009	4,3336		0,0015		
2	0,1036	4,4403		0,0046		
3	0,1041	4,4601		0,0076		
4	0,1001	4,3020		0,0050		
5	0,1021	4,3810	4,3727	0,0001	0,0522	1,1927
6	0,1024	4,3929		0,0004		
7	0,1002	4,3059		0,0045		
8	0,1023	4,3889		0,0003		
9	0,1019	4,3731		1,6 x 10 <sup>-7</sup>		
10	0,1013	4,3494		0,0005		
				Σ= 0,0245		

Perhitungan Presisi :

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 1} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\
 &= \frac{0,1009 + 0,00874}{0,025299} \\
 &= 4,3336
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 2} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\
 &= \frac{0,1036 + 0,00874}{0,025299} \\
 &= 4,4403
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 3} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\
 &= \frac{0,1041 + 0,00874}{0,025299} \\
 &= 4,4601
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 4} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1001 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,3020\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 5} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1021 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,3810\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 6} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1024 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,3929\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 7} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1002 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,3059\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 8} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1023 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,3889\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 9} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1019 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,3731\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 10} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1013 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,3494\end{aligned}$$

## Lampiran 6. Data dan Perhitungan Akurasi

**Tabel 6. Data Hasil Perhitungan Recovery**

Konsentrasi	Absorbansi	Kadar Terhitung (ppm)	Recovery (%)	Rata-rata (%)
3 a	0,0667	2,9817	99,39	
3 b	0,0687	3,0608	102,03	
3 c	0,0691	3,0766	102,55	
4 a	0,0918	3,9739	99,35	
4 b	0,0928	4,0134	100,34	99,79
4 c	0,0949	4,0964	102,41	
5 a	0,1144	4,8672	97,34	
5 b	0,1134	4,8277	96,55	
5 c	0,1154	4,9067	98,13	

Larutan 3 a

$$x = \frac{y-a}{b}$$

$$= \frac{0,0667 + 0,00874}{0,025299}$$

$$= 2,9817$$

Larutan 3 b

$$x = \frac{y-a}{b}$$

$$= \frac{0,0687 + 0,00874}{0,025299}$$

$$= 3,0608$$

Larutan 3 c

$$x = \frac{y-a}{b}$$

$$= \frac{0,0691 + 0,00874}{0,025299}$$

$$= 3,0766$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 4 a} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,0918 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 3,9739\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 4 b} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,0928 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,0134\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 4 c} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,0949 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,0964\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 5 a} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1144 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,8672\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Larutan 5 b} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\ &= \frac{0,1134 + 0,00874}{0,025299} \\ &= 4,8277\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 5 c} \quad x &= \frac{y-a}{b} \\
 &= \frac{0,1154 + 0,00874}{0,025299} \\
 &= 4,9067
 \end{aligned}$$

Perhitungan Akurasi

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{kadar Terhitung}}{\text{kadar Diketahui}} \times 100\%$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 3 a} &= \frac{2,9817}{3} \times 100\% \\
 &= 99,39\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 4 c} &= \frac{4,0964}{4} \times 100\% \\
 &= 102,41\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 3 b} &= \frac{3,0608}{3} \times 100\% \\
 &= 102,03\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 5 a} &= \frac{4,8672}{5} \times 100\% \\
 &= 97,34\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 3 c} &= \frac{3,0766}{3} \times 100\% \\
 &= 102,55\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 5 b} &= \frac{4,8277}{5} \times 100\% \\
 &= 96,55\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 4 a} &= \frac{3,9739}{4} \times 100\% \\
 &= 99,35\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 5 c} &= \frac{4,9067}{5} \times 100\% \\
 &= 98,13\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Larutan 4 b} &= \frac{4,0134}{4} \times 100\% \\
 &= 100,34\%
 \end{aligned}$$



## Lampiran 7. Data dan Perhitungan LOD dan LOQ

Tabel 7. Data Hasil Perhitungan LOD dan LOQ

X (ppm)	Y	Y1=(a + b.X)	(Y-Y1) <sup>2</sup>	SD	LOD	LOQ
2	0,0425	0,0419	4,1 x 10 <sup>-7</sup>			
3	0,0682	0,0672	1,1 x 10 <sup>-6</sup>			
4	0,0932	0,0925	5,5, x 10 <sup>-7</sup>	0,0022	0,2870	0,8696
5	0,1144	0,1178	1,1 x 10 <sup>-5</sup>			
10	0,2452	0,2443	8,9 x 10 <sup>-7</sup>			
			∑= 1,4 x 10 <sup>-5</sup>			

$$\begin{aligned} \text{LOD} &= \frac{SD \times 3,3}{b \text{ (slope)}} \\ &= \frac{0,0022 \times 3,3}{0,025299} \\ &= 0,2870 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{LOQ} &= \frac{SD \times 10}{b \text{ (slope)}} \\ &= \frac{0,0022 \times 10}{0,025299} \\ &= 0,8696 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

### Lampiran 8. Kegiatan Praktik KTI



**Gambar 1. Sampel buah anggur**



**Gambar 2. Sampel dihancurkan**



**Gambar 3. Sampel dikeringkan**



**Gambar 4. Sampel yang telah dikeringkan**

## A. Destruksi Kering



Gambar 5. Sampel dimasukkan dalam *furnace*



Gambar 6. Sampel hasil destruksi kering



Gambar 7. Sampel dilarutkan dengan pelarut *aqua regia*



Gambar 8. Sampel siap untuk dianalisis dengan SSA

## B. Destruksi Basah



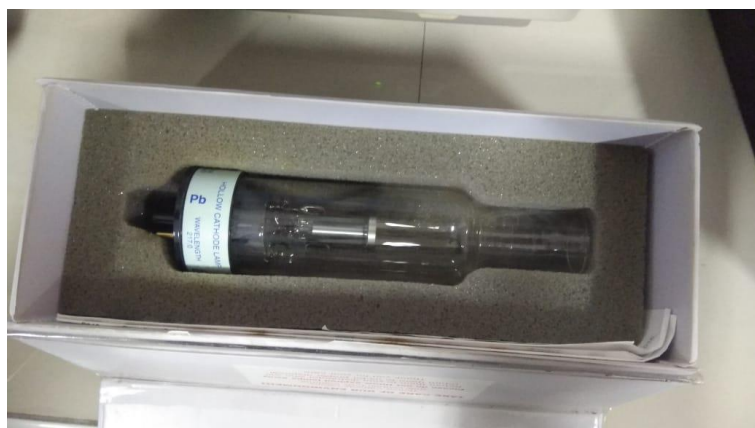
**Gambar 9. Sampel destruksi basah dengan  $\text{HNO}_3$**



**Gambar 10. Sampel dilarutkan dengan aquadest**



**Gambar 11. Sampel siap dianalisis dengan SSA**



**Gambar 12. Lampu katoda Pb**



**Gambar 13. Proses pembacaan sampel**