

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Preparasi Sampel

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis dan menentukan kadar cemaran timbal (Pb) pada umbi wortel yang diambil dari daerah Tawangmangu (ketinggian ± 1.700 mdpl dan ± 800 mdpl) dan Boyolali (ketinggian ± 1.700 mdpl dan ± 900 mdpl) sehingga dapat diketahui kelayakan umbi wortel tersebut untuk dikonsumsi. Analisis kualitatif dan kuantitatif dilakukan dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom yang terlebih dahulu didestruksi secara basah menggunakan asam pekat HNO_3 dan HCl . Kemudian hasil yang diperoleh dibandingkan dengan baku mutu Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan SNI 7387 : 2009 yang menyebutkan bahwa batas cemaran logam berat pada buah dan sayur sebesar $\leq 0,5$ mg/kg.

Sebelum dianalisis sampel dicuci dulu sampai bersih, kemudian ditiriskan dipotong kecil-kecil lalu ditumbuk sampai halus. Jalannya analisis dapat dipermudah dengan proses tersebut. Kandungan timbal (Pb) yang terdapat pada sampel wortel perlu dilakukan destruksi sampel terlebih dahulu. Fungsi destruksi adalah untuk memutuskan ikatan antara senyawa organik dengan logam yang dianalisis (Dewi, 2012). Sampel ditambahkan HNO_3 dan HCl , HNO_3 merupakan pelarut logam yang baik dan menjernihkan larutan, karena HNO_3 dapat memutuskan dan menghilangkan ikatan antara logam dan bahan – bahan senyawa

organik yang ada pada sampel wortel. Penambahan HCl bertindak sebagai oksidator untuk membantu HNO₃ mendekomposisi matriks organik wortel, sehingga wortel dapat larut sempurna. HNO₃ yang bertemu dengan timbal (Pb) akan menghasilkan Pb(NO₃)₂ pada permukaan logam yang mencegah pelarutan lebih lanjut. Berikut reaksi destruksi dengan HNO₃ :



Sampel yang telah dipreparasi kemudian diukur absorbansinya menggunakan SSA dengan panjang gelombang 283,3 nm. Panjang gelombang ini adalah panjang gelombang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi. Apabila atom pada tingkat energi dasar diberi energi yang sesuai maka energi tersebut akan diserap dan atom – atom 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. Setiap panjang gelombang mempunyai energi yang spesifik. Absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum.

B. Hasil Penentuan Kadar Sampel

1. Analisis kualitatif

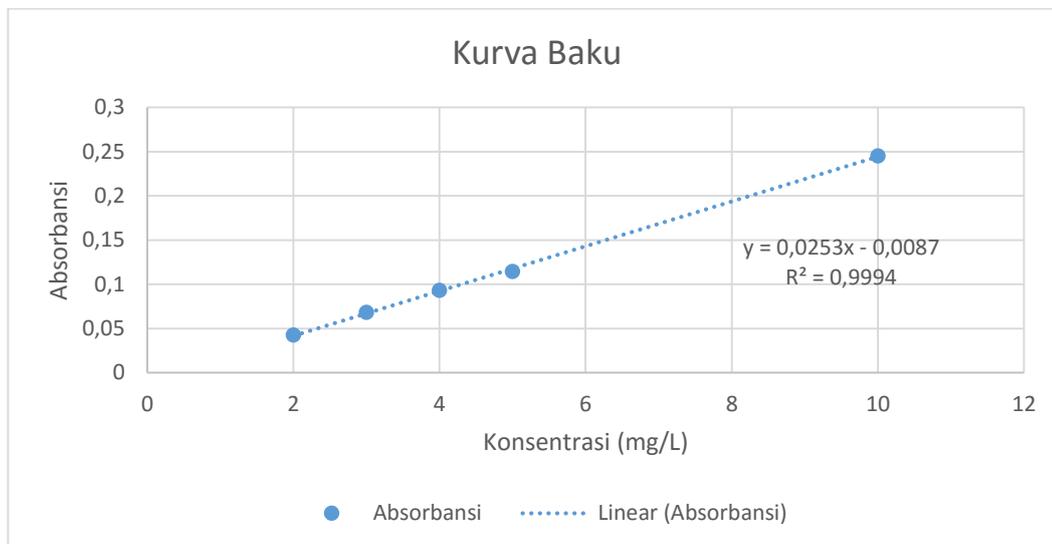
Analisis kualitatif dilakukan menggunakan lampu katoda berongga yang disesuaikan dengan unsur yang akan dianalisis. Unsur yang dianalisis adalah timbal (Pb), maka digunakan lampu katoda berongga Pb sehingga apabila lampu katoda

berongga Pb dikenakan pada sampel dan memberi absorbansi, maka sampel tersebut terdapat logam berat timbal (Pb). Jika sampel tidak terdeteksi atau tidak memberikan absorbansi, maka sampel tersebut tidak terdapat logam berat timbal (Pb).

2. Analisis kuantitatif

2.1 Penentuan kurva kalibrasi

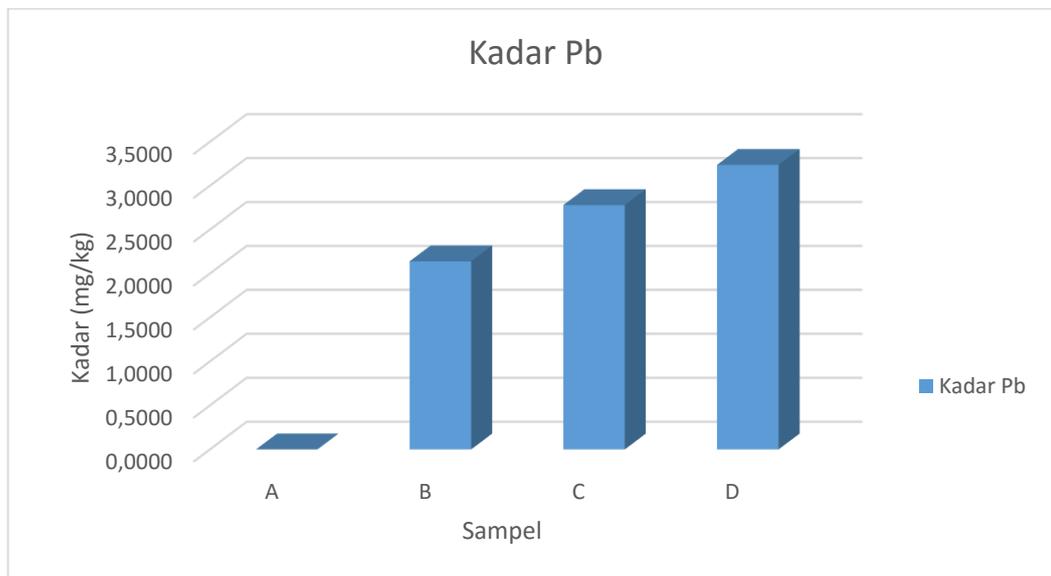
Penentuan kurva kalibrasi dengan membuat larutan seri konsentrasi timbal 2; 3; 4; 5; dan 10 mg/L. Penentuan kadar timbal (Pb) dalam wortel digunakan larutan baku timbal $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 100mg/L kemudian dibuat seri konsentrasi 2; 3; 4; 5; dan 10 mg/L. Lalu dibaca absorbansinya pada panjang gelombang 283,3 nm. Absorbansi yang diperoleh digunakan untuk membuat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi larutan seri timbal dengan absorbansi. Persamaan garis linear didapat dari hasil kurva kalibrasi yaitu $y = 0,0253x - 0,0087$ dan harga koefisien korelasi (R^2) sebesar 0,9994. Batas untuk nilai R adalah 0,995 (Harmita, 2004). Nilai R^2 yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa metode analisis tersebut memiliki nilai Linearitas yang baik dengan nilai hampir mendekati 1. Jika kurva kalibrasi tidak linear maka kesalahan hasil dalam analisis semakin besar.



Gambar 1. Kurva Baku Logam Berat Timbal (Pb)

2.2 Penetapan Kadar Sampel

Penetapan kadar dilakukan dengan cara sampel yang telah didestruksi disaring dengan kertas saring *whatman* no.42 dimasukkan dalam labu takar 50 ml dan ditambahkan aquabidest sampai tanda batas. Nilai absorbansi sampel dibaca pada panjang gelombang 283,3 nm dengan dilakukan pengukuran sebanyak 3 kali pengulangan pada masing – masing sampel. Absorbansi yang didapat kemudian disubstitusikan dengan y pada persamaan regresi linear yang telah diketahui. Hasil penetapan kadar sampel dapat dilihat pada gambar berikut.



Gambar 2. Diagram Kadar Timbal (Pb) dalam Sampel Wortel

Keterangan :

A: Wortel dari daerah Boyolali (ketinggian \pm 1.700 mdpl) = tidak terdeteksi

B: Wortel dari daerah Boyolali (ketinggian \pm 900 mdpl) = 2,1391 mg/kg

C: Wortel dari daerah Tawangmangu (ketinggian \pm 1.700 mdpl) = 2,7799 mg/kg

D: Wortel dari daerah Tawangmangu (ketinggian \pm 800 mdpl) = 3,2375 mg/kg

Berdasarkan perhitungan kadar timbal (Pb) pada sampel dalam gambar 4, yaitu kadar sampel A tidak terdeteksi; sampel B sebesar 2,1391 mg/kg; sampel C sebesar 2,7799 mg/kg; dan sampel D sebesar 3,2375 mg/kg. Dapat disimpulkan bahwa kandungan timbal (Pb) yang terdapat pada sampel A tidak terdeteksi, sehingga masih aman untuk dikonsumsi sehari-hari. Sampel B, sampel C, dan sampel D mengandung timbal (Pb) yang kadarnya melebihi syarat baku mutu Batas Maksimum Cemar Logam Berat dalam Pangan SNI 7387 : 2009 bahwa batas cemaran logam berat pada buah dan sayur sebesar $\leq 0,5$ mg/kg, sehingga tidak aman untuk dikonsumsi.

Hubungan antara ketinggian terhadap kadar timbal (Pb) menurut Sarjono (2009), suhu mempengaruhi konsentrasi logam berat di tanah, kenaikan suhu yang lebih dingin memudahkan logam berat mengendap ke tanah sehingga akan terakumulasi ke umbi wortel melalui akar. Berdasarkan hasil yang diperoleh bahwa sampel A yang tidak terdeteksi adanya timbal (Pb) kemungkinan disebabkan oleh sampel yang dianalisis tidak mengandung timbal (Pb) dan sampel mengandung timbal (Pb) dalam jumlah yang sangat kecil sehingga tidak terdeteksi oleh alat yang mempunyai kepekaan 0,001 mg/L.

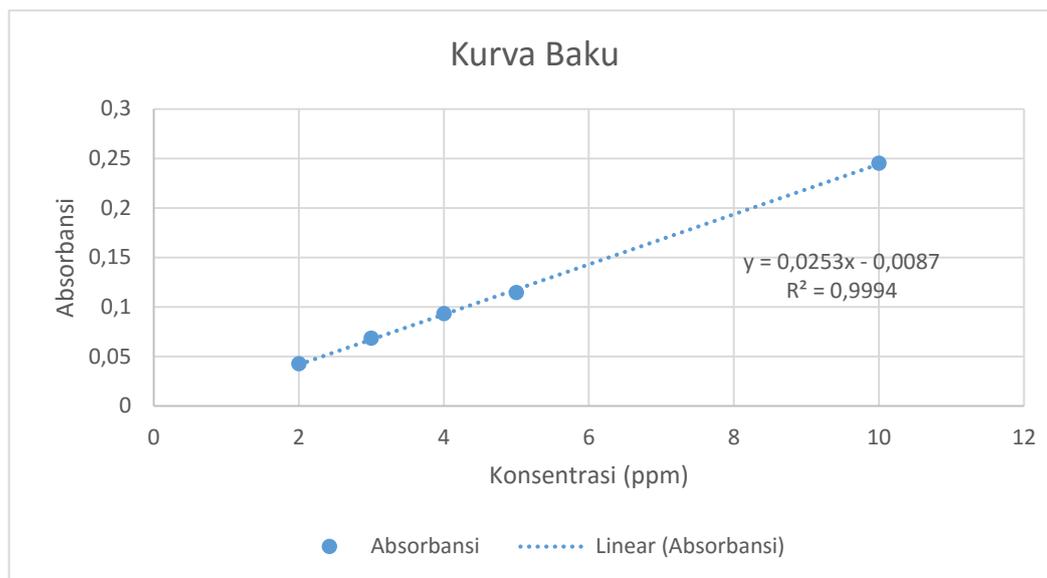
Kadar timbal (Pb) pada wortel sampel B, sampel C, dan sampel D dapat dipengaruhi oleh adanya timbal yang secara alami terdapat dalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami dan buatan. Pencemaran logam berat timbal dapat juga berasal dari udara yaitu melalui asap kendaraan bermotor, air, dan pestisida yang mencemari tanah. Penambahan pestisida bisa meningkatkan hasil tanaman bagi petani, konsentrasi logam timbal pada pupuk sekitar 1,3 – 2.240 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (alloway,1995 dalam Charlena, 2004).

C. Validasi Metode

Untuk mengetahui metode yang lebih baik untuk analisis timbal (Pb) dalam wortel dilakukan validasi metode, yaitu uji linearitas, akurasi, presisi, penentuan LOD dan LOQ. Validasi terhadap suatu metode analisis menjadi faktor penting karena hanya metode analisis yang telah dibuktikan validitasnya maka hasil

pengukurannya bisa dipertanggung jawabkan dan dipergunakan sebagai landasan dalam perhitungan berikutnya (Sugihartini dkk, 2014).

1. Linearitas



Gambar 3. Linearitas Kurva Baku Logam Timbal (Pb)

Penentuan Linearitas penelitian ini sama pada pembuatan kurva baku dengan mengukur nilai absorbansi dari larutan seri konsentrasi 2; 3; 4; 5; dan 10 mg/L. Berdasarkan Gambar 6. Menunjukkan kurva baku logam berat timbal (Pb) yang sudah dibuat grafik, dimana konsentrasi adalah sumbu x dan absorbansi adalah sumbu y. Nilai a (*intercept*) adalah $-0,0087$. Nilai b (*slope*) adalah $0,0253$. Nilai R adalah $0,9997$ dan R^2 adalah $0,9994$. Batas penerimaan yang dikehendaki R adalah $0,995$ (Harmita, 2004). Dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan mempunyai korelasi yang baik dengan konsentrasi yang didapatkan.

2. Akurasi

Penetapan akurasi dilakukan untuk mengetahui keakuratan suatu metode pengukuran yang digunakan dalam analisis. Akurasi dinyatakan dengan nilai persen

recovery analit yang ditambahkan (Harmita, 2004). Nilai *recovery* didapat dengan membuat larutan standar dengan tiga konsentrasi berbeda yaitu 3; 4 dan 5 mg/L. Metode yang memiliki akurasi yang baik adalah yang memiliki nilai *recovery* diantara 98% - 102%.

Tabel 1.Data Perhitungan Recovery

Konsentrasi (mg/kg)	Kadar terhitung(mg/L)	Recovery (%)	Rata-rata <i>recovery</i>
3	2,9817	99,39%	
3	3,0608	102,03%	
3	3,0766	102,55%	
4	3,9739	99,35%	
4	4,0134	100,34%	99,79%
4	4,0964	102,41%	
5	4,8672	97,34%	
5	4,8277	96,55%	
5	4,9067	98,13%	

Tabel 2 tersebut menunjukkan data hasil perhitungan *recovery* (%). *Recovery* yang diperoleh adalah 99,79%. Data diatas menunjukkan bahwa nilai *recovery* memenuhi persyaratan yaitu 98% - 102%.

3. Presisi

Presisi dihitung dengan menggunakan koefisien variasi. Koefisien variasi dihitung dengan cara membagi nilai simpangan baku dengan nilai rata – rata konsentrasi. Suatu metode dikatakan baik apabila koefisien variasinya kurang dari 2%. Berdasarkan tabel perhitungan presisi, koefisien variasi yang didapatkan adalah 1,2061%. Sehingga dapat dinyatakan bahwa metode yang digunakan memiliki presisi yang baik karena nilai koefisien variasi < 2%.

Tabel 2.Data Perhitungan Presisi

Replikasi	absorbansi	X (mg/L)	Xr	$ x-xr ^2$	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		0,0000		
10	0,1013	4,3494		0,0005		

4. LOD dan LOQ

LOD adalah untuk mengetahui batas konsentrasi analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan. Nilai LOD yang diperoleh dari pembuatan kurva standar timbal (Pb) adalah 0,2839 mg/L. LOQ adalah konsentrasi terendah analit dalam sampel. Nilai LOQ yang diperoleh pada pembuatan kurva standar timbal sebesar 0,8603 mg/L.

Tabel 3.Data LOD dan LOQ

x(mg/L)	Y	y' (a+bx)	y-y'	$ y-y' ^2$	SD	LOD	LOQ
2	0,0425	0,0419	0,0006	$4,1 \times 10^{-7}$	0,0022	0,2839	0,8603
3	0,0682	0,0672	0,0010	$1,1 \times 10^{-6}$			
4	0,0932	0,0925	0,0007	$5,5 \times 10^{-7}$			
5	0,1144	0,1178	-0,0034	$1,1 \times 10^{-5}$			
10	0,2452	0,2443	0,0009	$8,9 \times 10^{-7}$			
Jumlah				$1,4 \times 10^{-5}$			

