

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN TIMBAL (Pb) DALAM  
KOPI HIJAU (*GREEN COFFEE*) INSTAN MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA) SESUAI  
SNI 2983-2014**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli  
Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia Program Studi D III Analisis Kimia**



**Disusun oleh :**

**Rizky Rola Firnanda  
19231030**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA  
2022**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN TIMBAL (Pb) DALAM  
KOPI HIJAU (*GREEN COFFEE*) INSTAN MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA) SESUAI  
SNI 2983-2014**

***METHODS VERIFICATION OF LEAD (Pb) TESTING IN  
INSTANT GREEN COFFEE USING ATOMIC  
ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER (AAS)  
ACCORDANCE TO SNI 2983-2014***



**Disusun oleh :**

**Rizky Rola Firnanda  
19231030**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA  
YOGYAKARTA  
2022**

**HALAMAN PENGESAHAN**

**LAPORAN TUGAS AKHIR**

**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN TIMBAL (Pb) DALAM  
KOPI HIJAU (*GREEN COFFEE*) INSTAN MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA) SESUAI  
SNI 2983-2014**

Dipersiapkan dan disusun oleh :

**Rizky Rola Firnanda**

**NIM : 19231030**

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir  
Program Studi D III Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia  
pada tanggal 04 Maret 2022

Menyetujui

**Ketua Program Studi**

**Pembimbing**

  
**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si**  
NIK. 132311102

  
**Thorikul Huda, S.Si., M.Sc**  
NIK. 052316003

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN TIMBAL (Pb) DALAM  
KOPI HIJAU (*GREEN COFFEE*) INSTAN MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA) SESUAI  
SNI 2983-2014**

Dipersiapkan dan disusun oleh:  
**Rizky Rola Firnanda**NIM:  
**19231030**

Telah dipertahankan didepan Tim Penguji pada tanggal 04 Maret 2022

**Susunan Tim Penguji**

**Pembimbing/ Penguji**



**Thorikul Huda, S.Si., M.Sc**

**NIK 052316003**

**Penguji I**



**Reni Bahowati, S.Si., M. Sc**

**NIK 052316002**

**Penguji II**



**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si**

**NIK 132311102**

Mengetahui,  
Dekan Fakultas MIPA UII



**Jero Jiyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.**

**NIK. 006120101**



## PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa laporan tugas akhir yang berjudul “Verifikasi Metode Pengujian Timbal (Pb) Dalam Kopi Hijau (*Green Coffee*) Instan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) sesuai SNI 2983-2014” ini tidak pernah dipergunakan untuk publikasi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka dibagian akhir laporan ini. Saya mempersilakan sebagian penutup karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Yogyakarta, 04 Maret 2022

A 1000 Rupiah Indonesian postage stamp is shown with a signature written over it. The stamp features the number '1000' and the text 'METAL TIMBAL' and 'B453FAJX77707186'.

Rizky Rola Firnanda

## MOTTO

*“Dari Anas RA ia berkata: Rasulullah SAW bersabda: Barang siapa yang keluar dengan tujuan menuntut ilmu, maka ia berada di jalan Allah hingga sampai pulang”.*

*(H.R. Tirmidzi).*

*( At-Tirmidzi, 1249H/2008, 345).*

*“..... Dan apabila dikatakan: “Berdirilah kamu”, maka berdirilah, niscaya Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antaramu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat. Dan Allah Maha Mengetahui apa yang kamu kerjakan.”*

*(QS. Al-Maidah:11).*

*“Perbanyak proses, perkecil protes. Karena Perubahan tidak datang dari kaki yang diam ”*

*(penulis)*

## HALAMAN PERSEMBAHAN

### *Bismillahirrahmanirrahim*

#### *Alhamdulillahirobbil'alamin*

Atas segala rahmat Allah yang maha pengasih lagi maha penyayang, yang telah memberikan kelancaran serta kemudahan dalam proses penyusunan. Sholawat serta salam semoga selalu terlimpah curahkan pada Rasulullah Muhammad SAW.

#### **Bapak, ibu, dan semua dan sanak keluarga**

Saya ingin mengucapkan terimakasih banyak kepada bapak, ibu, dan semua pihak yang telah memberikan support yang tak berujung, dukungan moral yang tak bernilai, hingga do'a yang tak henti dihaturkan sehingga saya dapat menyelesaikan penyusunan laporan tugas akhir dengan baik dan tuntas. Sungguh dengan kehadiran dan dedikasi yang tulus dari bapak dan ibu dari awal hingga akhir, merupakan sebuah nilai yang sangatlah berarti dan berharga untuk saya bisa menyelesaikan penyusunan tugas akhir dengan baik.

#### **Dosen Analisis Kimia beserta staff**

Terimakasih saya haturkan atas segala ilmu yang telah diberikan selama ini, terimakasih untuk selalu memberikan loyalitas yang tak terbatas, terimakasih untuk bimbingan dan dukungan moral hingga do'a yang selalu menjadi pelecut saya untuk bisa menyelesaikan studi di D III Analisis Kimia UII. Terimakasih saya ucapkan yang terkhusus untuk bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc, selaku dosen pembimbing PKL dan Tugas Akhir yang telah memberikan saran hingga dukungan agar penyusunan Laporan Tugas Akhir ini berjalan dengan baik.

### **Teman- teman D III Analisis Kimia angkatan 19**

Terimakasih untuk teman-teman semua yang telah menjadi bagian dari perjuangan saya. Terimakasih telah menjadi keluarga kedua bagi hidup saya. Kehadiran teman-teman semua sangatlah berarti untuk saya dan tidak akan bisa terlupakan.

Terkhusus untuk teman-teman penelitian saya, Hani, Iqbal, Hindun, Cici, Irma dan yang tidak bisa saya sebutkan satu persatu. Karena teman-teman semua tidak hanya menjadi teman untuk penelitian saja namun juga bisa jadi tempat menyampaikan keluh kesah hingga senang. Terimakasih untuk semuanya, tepatnya keluarga KPA.



## KATA PENGANTAR

Puji dan syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat serta hidayahnya kepada saya, sehingga dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir tentang “Verifikasi Metode Pengujian Timbal (Pb) Dalam Kopi Hijau (*Green Coffee*) Instan Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) sesuai SNI 2983-2014”. Sholawat serta salam selalu tercurahkan kepada Rasulullah SAW. Laporan Tugas Akhir ini merupakan salah satu persyaratan yang harus dipenuhi untuk dapat memperoleh gelar Ahli Madya (A.Md.Si) di Program Studi Diploma III Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Dengan demikian pada kesempatan ini penyusun mengucapkan terimakasih kepada :

1. Prof. Riyanto., Ph.D selaku Dekan Fakultas MIPA UII
2. Tri Esti Purbaningtias, M.Si selaku Ketua Program Studi D III Analisis Kimia.
3. Thorikul Huda, S.Si., M.Sc selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir yang telah memberikan saran, masukan, dan petunjuk serta ilmu yang bermanfaat bagi penulis dalam penyusunan Laporan Tugas Akhir.

Penulis menyadari bahwa masih banyak kekurangan yang dimiliki dalam penyusunan laporan ini. Untuk itu kritik dan saran masih sangat dibutuhkan agar penulis bisa menyempurnakan penyusunan laporan ini. Akhir kata, mohon maaf atas kekurangan laporan ini, semoga dapat memberikan manfaat bagi penulis maupun bagi para pembaca.

Yogyakarta, 04 Maret 2022.



Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>LAPORAN TUGAS AKHIR</b> .....	iii
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	iii
<b>PERNYATAAN</b> .....	v
<b>MOTTO</b> .....	vi
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	vii
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	viii
<b>DAFTAR ISI</b> .....	ix
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	xi
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	xii
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	xiii
<b>INTISARI</b> .....	xiv
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan.....	4
1.4 Manfaat.....	4
<b>BAB II DASAR TEORI</b> .....	6
2.1 Kopi Hijau Robusta.....	6
2.2 Minuman Kopi Instan Kemasan.....	7
2.3 Spektrofotometer Serapan Atom.....	8
2.4 Prinsip Spektrofotometri Serapan Atom.....	10
2.5 Komponen Alat Spektrofotometer Serapan Atom.....	11
2.6 Timbal (Pb).....	14
2.7 Linearitas.....	14
2.8 Presisi.....	15
2.9 Akurasi.....	16
2.10. <i>Limit of Detection</i> dan <i>Limit of Quantitation</i> .....	17
<b>BAB III METODOLOGI</b> .....	20
3.1 Alat.....	20
3.2 Bahan.....	20
3.3 Cara Kerja.....	20

<b>BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN</b> .....	23
4.1 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) .....	23
4.2 Verifikasi Metode.....	24
4.3 Linearitas.....	24
4.4 Presisi.....	26
4.5 <i>Limit of Detection dan Limit of Quantification</i> .....	28
4.6 Akurasi.....	30
4.7 Evaluasi Estimasi Ketidakpastian.....	31
<b>BAB 5 PENUTUP</b> .....	35
5.1 Kesimpulan .....	35
5.2 Saran .....	36
<b>DAFTAR PUSTAKA</b> .....	37
<b>LAMPIRAN</b> .....	39

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Komponen Alat Spektrofotometer Serapan Atom .....	11
Gambar 4.1 Hasil Absorbansi Larutan Standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ .....	26
Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Penentuan Logam Timbal .....	33

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Panjang Gelombang Suatu Unsur (Khopkar, 1990).....	10
Tabel 4.1 Hasil Absorbansi Larutan Standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ .....	25
Tabel 4.2 Hasil perhitungan parameter presisi .....	27
Tabel 4.3 Hasil Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi.....	29
Tabel 4.4 Hasil Penentuan Parameter Akurasi.....	31
Tabel 4.5 Hasil Penentuan Ketidakpastian.....	33
Tabel 4.6 Kontribusi ketidakpastian kadar logam timbal .....	34

## **DAFTAR LAMPIRAN**

Lampiran 1. Analisis Data Parameter Pengujian.....	40
Lampiran 2. Acuan Baku Mutu SNI 2983-2014 .....	54
Lampiran 3. Dokumentasi Proses Pengujian.....	56

**VERIFIKASI METODE PENGUJIAN TIMBAL (Pb) DALAM  
KOPI HIJAU (*GREEN COFFEE*) INSTAN MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA) SESUAI  
SNI 2983-2014**

Rizky Rola Firnanda  
19231030  
Program Studi D III Analisis Kimia  
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Universitas Islam Indonesia  
Jl. Kaliurang KM 14.5 Sleman –Yogyakarta  
Email : [19231030@students.uii.ac.id](mailto:19231030@students.uii.ac.id)

**INTISARI**

Telah dilakukan verifikasi metode pengujian timbal (Pb) dalam kopi hijau (*Green Coffee*) instan menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA) yang mengacu pada SNI 2983-2014 tentang kopi instan. Tujuan dari verifikasi metode tersebut adalah untuk memastikan bahwa metode SNI 2983-2014 dapat digunakan untuk pengujian secara rutin dan menghasilkan data yang dapat diterima hasilnya. Prinsip pengujian yang dilakukan dengan didestruksi contoh uji menggunakan cara pengabuan kering di suhu 450 °C kemudian dilarutkan dengan larutan asam. Logam yang sudah terlarut kemudian diuji menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) di panjang gelombang maksimal 283,3 nm untuk logam Pb. Berdasarkan hasil verifikasi yang dilakukan telah diperoleh nilai konsentrasi pada logam timbal yaitu sebesar  $1,3442 \pm 0,1710$  mg/kg, dengan nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) 0,9961 dan koefisien korelasi ( $r$ ) 0,9980. Nilai presisi *repeatability* %RSD yang dihasilkan sebesar 1,98%. Nilai %recovery yang diperoleh sebesar 91,54 %. Nilai LOD dan LOQ yang diperoleh sebesar LOD dan LOQ sebesar 0,1577 mg/L dan 0,5256 mg/L. Mengacu pada hasil yang telah diperoleh, maka metode SNI 2983-2014 dapat dikatakan layak untuk pengujian secara rutin dengan keberterimaan kadar maksimal untuk logam timbal sebesar 2 mg/kg.

**Kata Kunci** : Spektrofotometer Serapan Atom, Timbal (Pb), Kopi Hijau

# **BAB I**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Kopi merupakan salah satu minuman lezat dan termasuk tumbuhan yang mengandung kafein. Menurut riset, kopi sudah menjadi minuman yang dominan disukai setelah teh dan air (Cornelis,2019). Kopi hijau (*Green Coffee*) Robusta merupakan ekstrak biji kopi yang biasa digunakan sebagai suplemen makanan untuk memerangi obesitas dan diabetes (Malkapuram dkk, 2016).

Menurut Samadi dkk (2015), kualitas ekstrak kopi hijau dapat meningkatkan metabolisme tubuh dan menurunkan berat badan. Efek sinergis asam klorogenat dan kafein telah terbukti menghambat penambahan berat badan dengan mengurangi penyerapan karbohidrat dari saluran pencernaan. Syarat kualitas produk kopi hijau sendiri tertuang pada SNI 2983-2014 tentang baku mutu penentuan keberterimaan yang harus diperoleh untuk produk kopi instan. Syarat keberterimaan untuk kadar timbal kopi yang ditentukan maksimal 2,0 mg/kg.

Pengujian ini termasuk verifikasi karena metode yang digunakan adalah metode baku yang bersumber dari SNI 2983-2014. Verifikasi metode uji adalah konfirmasi ulang dengan cara menguji suatu metode dengan melengkapi bukti-bukti yang obyektif, apakah metode tersebut memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuan. Verifikasi sebuah metode uji bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid. Verifikasi bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja. (Riyanto, 2014).



Instrumen penunjang untuk menganalisis cemaran logam dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan kelebihan alat yang spesifik, mempunyai batas deteksi yang rendah dan berasal dari satu larutan yang sama yang memungkinkan unsur berlainan bisa diukur. Prinsip pengujian yang dilakukan dengan didestruksi contoh uji menggunakan cara pengabuan kering di suhu 450 °C kemudian dilarutkan dengan larutan asam. Logam yang sudah terlarut kemudian diuji menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) di panjang gelombang maksimal 283,3 nm untuk logam Pb.

Pada saat mengonsumsi kopi, kadang kala konsumen perlu memperhatikan akan kemurnian dan komposisi dari kopi yang akan di konsumsi. Logam-logam berbahaya dalam produk kopi dapat ditemukan di dalam kopi seperti timbal, seng, tembaga, merkuri, besi, kadmium, kobalt, nikel yang terlarut dalam air. Logam-logam ini berasal dari pemakaian pestisida serta pemupukan yang berlebihan dan dapat juga berasal dari tanah tempat tumbuhnya kopi tersebut. Penggunaan pestisida dapat tertinggal dan tercampur dengan makanan merupakan suatu hal yang sangat perlu diperhatikan (Darmono, 1995). Besarnya residu yang diperoleh akan ditentukan oleh daya racun baik akut ataupun kronik. Hal ini menjadi penting jika residu pestisida dalam produk pertanian disamping ditentukan oleh besaran residu yang didapat (Sudarmo, 1990).

Pada saat menggunakan pupuk dan pestisida secara berlebihan, residu yang dihasilkan akan tertinggal dan akan meningkatkan konsentrasi unsur timbal (Pb) dalam tanah, logam berat timbal (Pb) akan terjerap masuk ke dalam tanah dan terakumulasi ke dalam jaringan tanaman melalui akar dan selanjutnya masuk kedalam siklus rantai makanan. Menurut SNI-2983-2014, persyaratan yang diterima untuk cemaran logam berat timbal (Pb) maksimal 2,0 mg/kg dalam sampel kopi hijau instan.

Makanan dan minuman yang terkontaminasi logam- logam dengan konsentrasi yang melebihi batas aman yang telah ditentukan sangat berbahaya bagi kesehatan. Bahaya buruk yang mungkin terjadi adalah menimbulkan racun syaraf (neuro toxin) yang bersifat kumulatif, destruktif dan kontinu pada sistem haemofilik, kardiovaskuler dan ginjal. Anak yang telah menderita toksisitas timbal cenderung menunjukkan gejala hiperaktif, mudah bosan, mudah terpengaruh, sulit berkonsentrasi terhadap lingkungannya termasuk pada pelajaran, serta akan mengalami gangguan pada dewasanya nanti (Winarno 1993). Sedangkan pada orang dewasa, paparan kronis Timbal (Pb) menyebabkan hipertensi, anemia, dan enselepati (Tuloly, 2013).

Makanan dan minuman tersebut perlu dilakukan analisis laboratorium untuk mengetahui kadar cemaran logam dalam makanan dan minuman. Instrumen penunjang untuk menganalisis cemaran logam dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan kelebihan alat yang spesifik, mempunyai batas deteksi yang rendah dan berasal dari satu larutan yang sama yang memungkinkan unsur berlainan bisa diukur. Prinsip pengujian yang dilakukan dengan didestruksi contoh uji menggunakan cara pengabuan kering di suhu 450 °C kemudian dilarutkan dengan larutan asam. Logam yang sudah terlarut kemudian diuji menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) di panjang gelombang maksimal 283,3 nm untuk logam Pb.

Tujuan dari verifikasi metode tersebut adalah untuk memastikan bahwa metode SNI 2983-2014 dapat digunakan untuk pengujian secara rutin dan menghasilkan data yang dapat diterima hasilnya. Pengujian ini mengacu pada ISO 17025 : 2017 tentang pemilihan verifikasi dan validasi metode yang tertuang dalam rangkaian persyaratan proses.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Adapun rumusan masalah yang dikaji pada penelitian ini adalah :

1. Bagaimana kadar logam berat timbal (Pb) yang terdapat pada kopi hijau instan ?
2. Bagaimana hasil verifikasi metode uji pengujian timbal (Pb) dalam kopi hijau (*green coffee*) instan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) sesuai SNI 2983-2014 ditinjau dari parameter linearitas, limit deteksi, presisi, akurasi, dan penentuan ketidakpastian?

## **1.3 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui kadar logam berat timbal (Pb) yang terdapat pada kopi hijau instan.
2. Mengetahui unjuk kerja dari metode analisa Verifikasi Metode Pengujian Timbal (Pb) Dalam Kopi Hijau (*Green Coffee*) Instan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) sesuai SNI 2983-2014 ditinjau dari parameter linearitas, limit deteksi, presisi, akurasi dan penentuan ketidakpastian.

## **1.4 Manfaat**

Adapun manfaat yang bisa diambil dari penelitian yang telah dilakukan adalah :

1. Untuk Masyarakat  
Harapannya hasil dari penelitian ini mampu memberikan informasi mengenai hasil uji timbal (Pb) pada instrumen Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) yang terdapat didalam kopi kemasan yang dikonsumsi, sehingga memenuhi persyaratan sesuai dengan SNI 2983-2014.

2. Untuk Ilmu Pengetahuan dan Teknologi

Hasil penelitian ini diharapkan mampu memenuhi keakuratan metode yang digunakan. Metode analisis yang digunakan juga diharapkan mampu mengidentifikasi secara valid dan akurat dengan tingkat kepercayaan yang tinggi sehingga mampu dipertanggung jawabkan.

## **BAB II**

### **DASAR TEORI**

#### **2.1 Kopi Hijau Robusta**

Kopi hijau Robusta merupakan ekstrak biji kopi yang biasa digunakan sebagai suplemen makanan untuk memerangi obesitas dan diabetes (Malkapuram dkk, 2016). Menurut Samadi dkk (2015), ekstrak kopi hijau dapat meningkatkan metabolisme tubuh dan menurunkan berat badan. Efek sinergis asam klorogenat dan kafein telah terbukti menghambat penambahan berat badan dengan mengurangi penyerapan karbohidrat dari saluran pencernaan.

Senyawa bioaktif dalam ekstrak kopi hijau dapat menghambat penyerapan lemak dan meningkatkan metabolisme lemak di hati. Ekstrak kopi hijau terbuat dari biji kopi yang tidak dipanggang. Selama proses pemanggangan, asam klorogenat dapat dipecah menjadi senyawa volatil dan melanoidin (Panggabean, 2011). Dari senyawa polifenol ini, asam klorogenat adalah yang paling melimpah dalam kopi. Kandungan asam klorogenat kopi Robusta adalah sekitar 7,0-10,0%, dan kandungan biji Arabika adalah 7,73%. Karena senyawa ini memiliki tindakan farmakologis sebagai antioksidan, ia memiliki kemampuan untuk menghambat aktivitas xantin oksidase, yang dapat mengurangi beban oksidatif dalam tubuh dan menurunkan kadar asam urat darah pada penderita hiperurisemia. Ekstrak kopi hijau memiliki khasiat yang sama dengan kopi instan. Perbedaan antara ekstrak kopi hijau dan kopi instan adalah bahwa bahan baku dari ekstrak kopi hijau adalah kopi yang tidak disangrai. Setelah kering, kopi Robusta digiling hingga ukuran 20 mesh. Pengecilan ukuran bertujuan untuk memperbesar luas penampang kopi yang kontak dengan pelarut untuk memaksimalkan proses ekstraksi.

Ukuran bahan 20 mesh menghasilkan hasil yang lebih tinggi daripada biji utuh. Bahan ukuran 80 mesh, filtrat dengan sedimen tidak terpisah. Ini karena kacang hijau berubah menjadi cairan kental seperti bubur yang tidak bisa disaring.

## **2.2 Minuman Kopi Instan Kemasan**

Kopi adalah spesies tanaman berkafein yang menjadikannya minuman yang nikmat. Saat ini, kopi merupakan minuman paling populer di dunia setelah air dan teh (Cornelis, 2019). Selain itu, kopi memiliki nilai ekonomi tertinggi dibandingkan tanaman perkebunan lainnya (Aprilia dkk, 2018). Minuman serbuk kemasan instan adalah minuman favorit orang Indonesia dan dapat dengan mudah diminum dengan air mendidih baik air dingin maupun air panas. Seiring waktu, kehidupan orang berubah dan semuanya ingin cepat atau instan. Termasuk minuman kopi yang merupakan minuman instan, minuman bubuk kopi instan mungkin bisa menjadi solusi yang baik bagi masyarakat.

Analisis kandungan timbal (Pb) pada kopi instan ditunjang dengan metode spektrometri untuk menganalisis cemaran logam dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan kelebihan alat yang spesifik, mempunyai batas deteksi yang rendah dan berasal dari satu larutan yang sama yang memungkinkan unsur berlainan bisa diukur. Prinsip pengujian yang dilakukan dengan didestruksi contoh uji menggunakan cara pengabuan kering di suhu 450 °C kemudian dilarutkan dengan larutan asam. Logam yang sudah terlarut kemudian diuji menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) di panjang gelombang maksimal 283,3 nm untuk logam Pb.

Pada saat menggunakan pupuk dan pestisida secara berlebihan, residu yang dihasilkan akan tertinggal dan akan meningkatkan konsentrasi unsur timbal (Pb) dalam tanah, logam berat timbal (Pb) akan terjerap masuk ke dalam tanah dan terakumulasi ke dalam jaringan tanaman melalui akar dan selanjutnya masuk kedalam siklus rantai makanan. Menurut SNI-2983-2014, persyaratan yang diterima untuk cemaran logam berat timbal (Pb) maksimal 2,0 mg/kg dalam sampel kopi hijau instan. Persyaratan kualitas kopi dapat dilihat pada Lampiran 2.

### 2.3 Spektrofotometer Serapan Atom

Spektrofotometri adalah teknik analitik yang dimensinya terutama didasarkan sepenuhnya pada jumlah radiasi yang dihasilkan atau diserap melalui cara spesies atom atau molekul analit. Salah satu bagian dari spektrofotometri adalah *Atomic Absorption Spectrofotometry* (AAS), yaitu suatu teknik evaluasi unsur kuantitatif yang dimensinya terutama didasarkan pada penyerapan ringan dengan panjang gelombang tertentu melalui cara atom-atom logam dalam keadaan lepas (Skoog dkk, 2000).

Teknik Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) secara teratur digunakan untuk menentukan faktor-faktor dalam bahan dengan sensitivitas, akurasi, dan selektivitas yang berlebihan. Prosedur atomisasi di SSA dapat dilakukan tanpa nyala api (*Flameless Atomization*), terutama melalui cara penggunaan tenaga listrik pada batang karbon (CRA = *Carbon Rod Atomizer*) atau paling efektif melalui cara penguapan, sebagai misalnya dalam evaluasi Hg (Gunandjar, 1985).

Teknik analisis AAS, masing-masing dengan atomisasi nyala, penggunaan banyak bahan bakar, dan maupun tanpa nyala, mampu menentukan hampir semua faktor logam secara kualitatif dan kuantitatif.

Sensitivitasnya bervariasi dari beberapa ppm hingga ppb, selain untuk beberapa faktor berat seperti U dan Zr yang paling efektif dapat ditentukan pada konsentrasi yang sangat tinggi diatas seratus ppm (Gunandjar, 1985).

Awal mula SSA sendiri terjadi pada tahun 1955, sementara panduan yang ditulis melalui sarana Walsh dan Alkemade & Milatz muncul. Dalam panduan ini, AAS biasanya direkomendasikan sebagai teknik analisis yang relevan secara umum. Ikatan antara absorbansi dengan konsentrasi berasal dari :

1. Hukum Lambert : Ketika suplai cahaya monokromatik melewati media yang jelas, kedalaman cahaya yang ditransmisikan berkurang dengan bertambahnya ketebalan media yang menyerap.
2. Hukum Beer : Kedalaman cahaya yang ditransmisikan berkurang secara eksponensial dengan meningkatnya konsentrasi spesi yang menyerap cahaya.

Dari kedua hukum tersebut diperoleh persamaan :

$$I_t = I_o \cdot e^{-(\epsilon bc)}, \text{ atau}$$
$$A = - \text{Log } I_t/I_o = abc$$

Dengan keterangan :

$I_o$  = intensitas cahaya

$I_t$  = intensitas cahaya yang ditransmisikan

$\epsilon$  = Kapasitas penyerapan molar

$b$  = panjang sedang

$c$  = konsentrasi atom yang menyerap cahaya

$A$  = penyerapan

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



## 2.4 Prinsip Spektrofotometri Serapan Atom

Spektrofotometri serapan atom adalah metode analisis yang didasarkan pada penyerapan energi radiasi oleh atom dalam keadaan dasar. Penyerapan ini menyebabkan elektron pada kulit atom tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi (keadaan keluar). Pengurangan intensitas radiasi yang diberikan sebanding dengan jumlah atom pada tingkat energi dasar yang menyerap energi radiasi. Intensitas radiasi yang ditransmisikan (*transmittance*) atau mengukur intensitas radiasi yang diserap (*absorbance*), dapat diukur sehingga konsentrasi unsur dalam sampel dapat ditentukan (Gunandjar, 1985).

Cara kerja alat ini didasarkan pada penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom-atom bebas. Atom menyerap radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Besarnya radiasi yang diserap kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan jenis logamnya (Darmono, 1995). Panjang gelombang suatu unsur tertera pada Tabel 2.1.

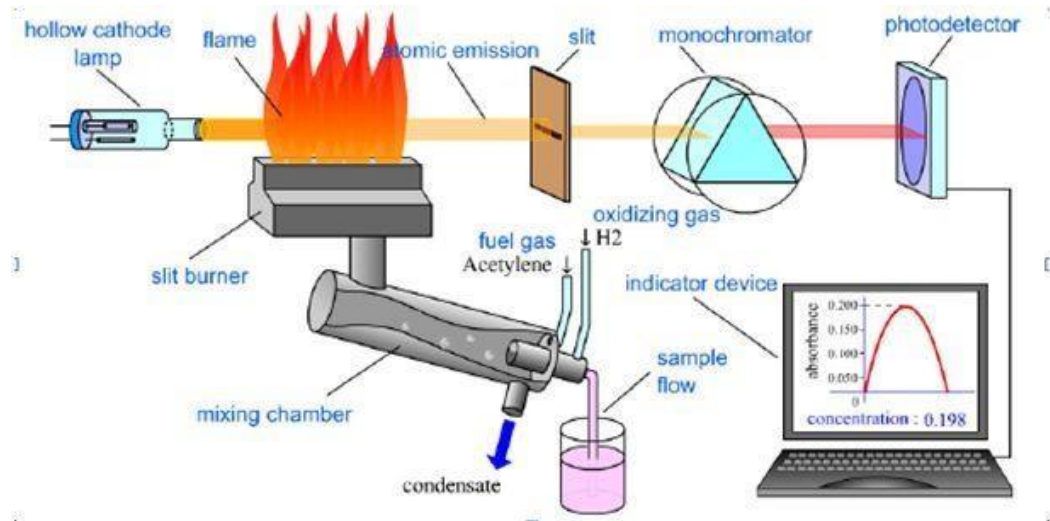
Tabel 2.1. Panjang Gelombang Suatu Unsur (Khopkar, 1990).

No.	Unsur	Panjang Gelombang (nm)
1	Cd	228
2	Cu	324
3	Pb	283
4	Mg	285
5	Zn	213

Keberhasilan analisis AAS tergantung pada proses eksitasi dan bagaimana mendapatkan garis resonansi yang benar. Suhu nyala api harus tinggi dan kontrol suhu nyala api sangat penting. (Khopkar, 1990).

## 2.5 Komponen Alat Spektrofotometer Serapan Atom

Rangkaian dari komponen alat spektrofotometer serapan atom dapat dilihat pada Gambar 2.1



Gambar 2.1. Komponen SSA (Octavia, 2012)

### 2.5.1 Sumber Cahaya

Sumber cahaya biasanya lampu katoda tersebut berongga. Lampu terdiri dari tabung kaca tertutup yang berisi katoda dan anoda. Katoda adalah silinder berongga yang terbuat dari logam atau dilapisi dengan logam tertentu. Tabung logam ini diisi dengan gas inert (neon atau argon) pada tekanan rendah (10-15 torr).

Ketika perbedaan tegangan yang besar (600 volt) diterapkan antara anoda dan katoda, katoda memancarkan berkas elektron yang bergerak menuju anoda dengan kecepatan dan energi yang sangat tinggi (Octavia, 2012).

Lampu katoda pada setiap unsur berbeda-beda bergantung pada unsur yang akan diuji, seperti lampu Pb hanya untuk pengukuran unsur Pb. Terdapat dua lampu katoda yaitu:

- 1) Lampu katoda Monologam : Digunakan untuk mengukur hanya satu elemen.
- 2) Lampu katoda Multilogam : Digunakan untuk mengukur banyak logam secara bersamaan, tetapi lebih mahal.

### 2.5.2 Burner

Burner adalah perangkat dimana campuran gas (bahan bakar dan oksida) dinyalakan. Dalam nyala panas ini, atom analit terbentuk. Alat ini terbuat dari logam tahan panas dan tahan korosi. Desain burner harus mencegah nyala api memasuki ruang semprot. Bagian ini disebut “gaya punggung” dan sangat berbahaya. Pembakar untuk api udara asetilen (suhu 2000-2200° C ) berbeda dari pembakar untuk asetilen oksida (suhu 2900-3000° C). Burner harus tetap bersih setiap saat untuk memastikan sensitivitas tinggi dan reproduktifitas yang baik.

Fungsi burner antara lain untuk mengatomisasi logam melalui pemanasan, menyerap energi radiasi untuk membuat atom keadaan dasar. Larutan sampel disemprotkan ke nyala api menggunakan nebulizer. Fungsi nebulizer adalah untuk mengubah larutan menjadi aerosol atau kabut dan kemudian memasukan api dengan bahan bakar gas.

Logam dalam larutan akan mengalami eksitasi energi rendah hingga tinggi. Nilai-nilai disini memiliki arti yang berbeda. Warna nyala api yang dihasilkan tergantung pada tingkat konsentrasi larutan uji.

### 2.5.3 Monokromator

Pada spektrofotometer serapan atom, monokromator yang dimaksudkan untuk memisahkan dan memilih panjang gelombang yang digunakan dalam analisis. Disamping optik, dalam monokromator juga terdapat suatu alat yang digunakan untuk memisahkan radiasi resonansi dan kontinyu yang disebut dengan *chopper*. (Rohman, 2007). Monokromator berfungsi untuk memisahkan atau memilih panjang gelombang dalam analisis.

Monokromator memiliki komponen pemecah sinar untuk mengubah sinar polikromatis menjadi sinar monokromatis sesuai dengan yang dibutuhkan pengukuran. Monokromator di dalam alat spektrofotometer serapan atom berfungsi untuk memisahkan serta mengontrol energi yang akan diteruskan kedetektor (Anshori, 2005).

#### 2.5.4 Detektor

Detektor digunakan untuk mengukur intensitas cahaya yang melewati daerah atom. Biasanya pengganda foton digunakan. Ada dua metode yang tersedia dalam sistem deteksi. Artinya, (a) merespon radiasi resonansi dan kontinu dan (b) merespon radiasi resonansi (Rohman, 2007).

Pada metode pertama, sinyal keluaran yang diperoleh dari radiasi resonansi dan radiasi kontinu dikirim ke sistem galvanometer, dan setiap perubahan akibat radiasi resonansi menyebabkan perubahan sinyal keluaran. Pada metode kedua, radiasi resonansi keluaran dan radiasi kontinu diisolasi. Dalam hal ini, sistem amplifikasi harus cukup selektif untuk membedakan antara radiasi. Yang terbaik adalah menggunakan detektor yang sensitif hanya terhadap radiasi resonansi termodulasi (Rohman, 2007).

Detektor berfungsi untuk mengolah sinyal radiasi menjadi sinyal listrik. Energi sinar diubah menjadi energi listrik yang kemudian diteruskan pada system pembacaan atau *data recorder* untuk membentuk grafik. Detektor juga berfungsi untuk mengukur intensitas radiasi yang diteruskan dan telah diubah menjadi energi listrik.

#### 2.5.5 *Data recorder*

*Data recorder* merupakan hasil yang menampilkan data dalam bentuk angka atau gambar yang dapat dibaca dan nantinya akan diolah menjadi sebuah hasil.

## **2.6 Timbal (Pb)**

Timbal (Pb) merupakan logam yang umumnya bersifat racun bagi makhluk hidup, meskipun sebagian dibutuhkan dalam jumlah sedikit. Logam berat dapat mencemari organisme atau makhluk hidup melalui berbagai perantara yang terkontaminasi logam berat, seperti udara, makanan, dan air. Ada dua jenis logam yaitu logam esensial dan logam non esensial, logam berat esensial berupa logam yang dibutuhkan tubuh dalam jumlah tertentu seperti Zn, Pb, Cr, Fe, Co dan Mn, sedangkan logam berat non esensial adalah logam yang tidak dibutuhkan oleh tubuh dan belum diketahui manfaatnya, bahkan dapat bersifat racun seperti Hg, Cd, Pb dan lain-lain (Purba, 2009).

Makanan dan minuman yang terkontaminasi logam dalam konsentrasi yang melebihi batas aman yang telah ditentukan sangat berbahaya bagi kesehatan. Risiko buruk yang dapat muncul adalah hemofilia, yang menyebabkan neurotoksin kumulatif, destruktif dan persisten pada sistem kardiovaskular dan ginjal. Anak yang terkena keracunan timbal akan cenderung menunjukkan gejala hiperaktif, mudah bosan, mudah terpengaruh, sulit berkonsentrasi pada lingkungan sekitarnya, termasuk kelas, dan akan mengalami kecacatan di masa dewasa (Winarno 1993). Sebaliknya, pada orang dewasa, paparan kronis timbal (Pb) menyebabkan hipertensi, anemia, dan ensefalopati (Tuloly, 2013).

## **2.7 Linearitas**

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Rentang metode adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang sudah ditunjukkan dapat ditetapkan dengan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima. Linieritas merupakan salah satu parameter validasi metode.

Linieritas ditentukan dengan kurva kalibrasi. Pembuatan kurva kalibrasi dilakukan dengan cara menghubungkan absorbansi dan sedikitnya lima konsentrasi larutan standar yang berbeda. Koefisien korelasi  $r$   $y = a + bx$  digunakan sebagai parameter adanya ketergantungan linier dalam regresi linier. Ketergantungan linier  $r = +1$  atau  $-1$  tergantung pada arah garis. Nilai dari menunjukkan sensitivitas pengujian, khususnya instrumen yang digunakan. Parameter lain yang perlu dihitung adalah simpangan baku residual ( $S_y$ ). Anda dapat mengukur semua perhitungan matematis ini menggunakan kalkulator atau program komputer (Riyanto, 2014). Linieritas suatu metode mencirikan keakuratan pekerjaan analisis menurut metode yang ditentukan. Menurut Spiegel (1988), tanda positif menunjukkan korelasi positif (+), ditunjukkan dengan garis miring ke kanan, dan simbol negatif (-) menunjukkan korelasi negatif, ditunjukkan dengan garis miring ke kiri. . Metode analisis yang baik adalah standar linier dengan koefisien determinasi ( $R^2$ )  $\geq 0,995$  (Riyanto, 2014) dan koefisien korelasi sebesar  $\geq 0,995$ .

## **2.8 Presisi**

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil pengujian individu, diukur melalui distribusi hasil individu dari rata-rata jika prosedur diterapkan berulang kali pada sampel yang diambil dari campuran homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Presisi dapat dinyatakan sebagai pengulangan atau reproduktifitas. Pengulangan adalah keakuratan suatu metode jika dilakukan berulang kali oleh analisis yang sama dalam kondisi yang sama dan dalam interval waktu yang singkat. Pengulangan dinilai dengan melakukan penentuan terpisah lengkap dari sampel identik yang terpisah dari batch yang sama, sehingga memberikan ukuran akurasi dalam kondisi normal (Riyanto, 2014).

Reproduktifitas adalah akurasi metode ketika dilakukan dalam kondisi yang berbeda. Biasanya, analisis dilakukan di laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, reagen, pelarut, dan penganalisis yang berbeda. Analisis dilakukan pada sampel identik yang diambil dari lot yang sama.

Reproducibility dapat juga dilakukan dalam laboratorium yang sama dengan menggunakan peralatan, pereaksi, dan analisis yang berbeda. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang (Riyanto, 2014).

Presisi menggambarkan kesalahan acak suatu hasil pengukuran. Kesalahan acak berasal dari pengaruh-pengaruh yang tidak dapat diperkirakan, bervariasi terhadap ruang, dan bersifat sementara. Kesalahan acak sulit untuk dihindari, banyak berhubungan dengan instrument ukur, peralatan contoh yang diukur prosedur kerja, dan lingkungan. Salah satu kategori presisi yaitu keterulangan (*repeatability*). Pengulangan mengacu pada keakuratan yang digunakan oleh analisis yang sama dalam mengulangi metode tersebut pada interval waktu pendek dan dengan kondisi yang sama. Pengulangan dinilai dengan lengkap dan terpisah dari sampel identik atau sama yang terpisah yang memiliki tingkat kemiripan tertentu (Riyanto, 2014).

## **2.9 Akurasi**

Akurasi adalah derajat yang menunjukkan tingkat kedekatan konsekuensi evaluasi dengan kandungan analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan karena persentase pemulihan analit yang dimasukkan. Akurasi dapat ditentukan dengan cara, khususnya teknik simulasi (restorasi berduri-plasebo) atau teknik penambahan lama yang sama. (Riyanto, 2014).

Akurasi adalah tingkat akurasi antara biaya terukur dan biaya riil yang diterima (Gary, 1996). Akurasi adalah kemampuan teknik analisis untuk mendapatkan biaya yang sesuai setelah dilakukan berulang kali. Duplikasi biaya evaluasi adalah ke arah pola yang sebenarnya, lebih tepat tekniknya (Khan dkk, 1996). Akurasi dinyatakan karena persentase pemulihan analit yang dimasukkan. Pemeriksaan persentase restorasi diselesaikan dengan membaca pola yang diperkaya dengan jumlah analit tertentu.

Kuantitas absolut yang diperoleh dari evaluasi ini dan kuantitas yang diperoleh dari pemeriksaan identik untuk pola (tanpa penambahan analit) dapat digunakan untuk menentukan biaya analit yang dapat diperoleh kembali. Kriteria akurasi terutama tergantung pada kesadaran analit di dalam matriks pola dan akurasi teknik (RSD). (Riyanto, 2014).

## **2.10 *Limit of Detection dan Limit of Quantitation***

Kantasubrata (2008) menyatakan bahwa batas deteksi (LOD) adalah konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat dideteksi tetapi tidak memerlukan kuantifikasi dalam kondisi pengujian yang disepakati. Tingkat analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan tingkat akurasi dan presisi yang dapat diterima di bawah kondisi pengujian yang disepakati. Batas deteksi dan batas kuantisasi tidak dapat dipisahkan karena terdapat hubungan yang sangat kuat.

Pengujian untuk mengecek nilai LOD dilakukan dengan menyiapkan bahan baku dengan konsentrasi yang sama dengan nilai batas deteksi alat yang diperoleh dari hasil perhitungan. Konsentrasi bahan baku diukur sebanyak 7 kali, dan diamati ada tidaknya sinyal yang diberikan pada setiap pengulangan. Batas deteksi instrumen dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut:



$$LOD = \mu + 3 SD$$

informasi:

$\mu$  = Nilai rata-rata hasil pengukuran pereaksi blanko yang sama

SD = Nilai standar deviasi

Hal ini dilakukan untuk memastikan bahwa LOD yang dihitung instrumen sudah benar. Karena pengujian untuk menentukan nilai LOQ dengan menghitung data kurva kalibrasi untuk hubungan antara absorbansi dan konsentrasi.

Nilai LOQ dapat dihitung dengan menggunakan rumus berikut:

$$LOQ = \mu + 10 SD$$

(Riyanto, 2014).

Informasi:

$\mu$  = nilai rata-rata hasil pengukuran dari blanko reagen yang sama.

SD = nilai standar deviasi.

Nilai LOD dan LOQ juga dapat ditentukan secara statistik melalui garis regresi linier kurva kalibrasi. Nilai ini dapat ditentukan dengan persamaan berikut:

a) Batas deteksi (LOD)

Karena  $k = 3$ , simpangan baku ( $S_b$ ) =  $S_{y/x}$ , maka:

$$LOD = \frac{3 \times S(\frac{y}{x})}{Slope}$$

b) Batas kuantitas (LOQ)

Karena  $k = 10$ , simpangan baku ( $S_b$ ) =  $S_{y/x}$ , maka:

$$LOQ = \frac{10 \times S(\frac{y}{x})}{Slope}$$

(Riyanto, 2014).

Penentuannya ditentukan dengan menggunakan kurva kalibrasi, yaitu dengan asumsi bahwa respon instrumen  $y$  berhubungan linier dengan konsentrasi standar  $x$  dalam rentang konsentrasi yang terbatas, sehingga dapat dinyatakan dalam persamaan  $y = ax \pm b$  untuk menentukan sensitivitas kemiringan. (b) maka LOQ dan LOD dapat diketahui (Harmita, 2004).

## **BAB III**

### **METODOLOGI**

#### **3.1 Alat**

Peralatan yang digunakan adalah Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) (*Perkin Elmer Analyst 300*) beserta kelengkapannya, furnace (*D550 Neytech Vulcan*), neraca analitik (*Ohaus*) terkalibrasi, pemanas listrik (*Thermo Scientific*), pipet ukur 1,5, 10, dan 25 mL (*Iwaki & Pyrex*), labu ukur 10 mL dan 50 mL, gelas beaker 100 mL dan 250 mL (*Iwaki & Pyrex*), kurs porselin 50 mL, corong gelas 75 mm desikator, sendok sugu, spatula, dan kertas saring.

#### **3.2 Bahan**

Bahan kimia yang digunakan adalah hasil produksi dari PT. Merck Indonesia diantaranya adalah asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat, asam klorida ( $\text{HCl}$ ) pekat, kristal timbal(II) nitrat  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , larutan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) 0,1 N, larutan asam klorida ( $\text{HCl}$ ) 6 N, larutan baku 1000 mg/L  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , larutan baku 50 mg/L  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , dan, akuades.

#### **3.3 Cara Kerja**

##### **3.3.1 Preparasi Sampel Uji**

Sampel yang suda disiapkan kemudian ditimbang sebanyak 20 g dengan teliti dalam krus porselin. Krus yang berisi contoh ditempatkan diatas pemanas listrik dan dipanaskan secara bertahap sampai contoh tidak berasap lagi. Pengabuan dilanjutkan dalam tanur ( $450 \pm 5$ ) °C selama 4 jam sampai abu berwarna putih, dan terbebas dari karbon.

##### **3.3.2 Pembuatan larutan asam nitrat, $\text{HNO}_3$ 0.1 N**

Larutan  $\text{HNO}_3$  pekat dipipet sebanyak 0,3472 mL kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas.

### **3.3.3 Pembuatan larutan asam klorida HCl 6 N.**

Larutan HCl pekat dipipet sebanyak 24, 8756 mL kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas.

### **3.3.4 Pembuatan larutan baku 1000 mg/L Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>**

Padatan standar Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ditimbang sebanyak 0,0799 g Pb kemudian dipipet 3,5 mL HNO<sub>3</sub> pekat untuk dilarutkan didalam gelas beaker 100 mL dengan penambahan akuades. Kemudian larutan yang telah larut dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL untuk diencerkan dengan akuades sampai tanda garis.

### **3.3.5 Pembuatan larutan baku 50 mg/L Pb**

Larutan baku 1000 mg/L Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dipipet sebanyak 2,5 mL ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquabides sampai tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku ini memiliki konsentrasi Pb 50 mg/L.

### **3.3.6 Pembuatan larutan kerja Pb**

Sebanyak masing-masing 0 mL; 0,02 mL ; 0,05 mL; 0,1 mL; 0,2 mL; 0,3 mL; dan 0,4 mL larutan baku 50 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian sebanyak 0,5 mL larutan HNO<sub>3</sub> 1 N ditambahkan dan diencerkan dengan akuades sampai tanda garis kemudian di kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 mg/L; 0,1 mg/L; 0,25 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L ; 1,5 mg/L ; dan 2,0 mg/L Pb.

### **3.3.7 Pembuatan kurva kalibrasi**

Alat SSA dioptimalkan sesuai dengan panduan penggunaan alat. Masing-masing larutan kerja yang disiapkan diukur pada panjang gelombang 283,3 nm. Kurva kalibrasi dibuat untuk mendapatkan persamaan garis regresi. Selanjutnya, ukur spesimen yang telah disiapkan.

### 3.3.8 Penentuan kadar logam Pb pada sampel

Abu yang sudah berwarna putih kemudian dilarutkan di atas pemanas listrik dengan penambahan HCl 6 N sebanyak 2,5 mL dan HNO 0,1 N sebanyak 5 mL. Setelah semuanya sudah dicampurkan kemudian ditambahkan akuades untuk membantu melarutkan sampel yang sudah dalam penambahan larutan asam. Sampel yang sudah larut kemudian disaring menggunakan kertas saring hingga filtrat berubah menjadi jernih. Sampel yang sudah disaring kemudian diuji menggunakan SSA pada panjang gelombang 283 nm untuk logam Pb. Kurva kalibrasi dibuat antara konsentrasi logam (mg/L) sebagai sumbu X dan absorbansi sebagai sumbu Y. Hasil pembacaan larutan kemudian dirumuskan dengan rincian sebagai berikut :

$$\text{Kadar Timbal (mg/kg)} = \frac{C \times V}{m}$$

Keterangan :

C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L)

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam liter (L)

m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

### 3.3.9 Penentuan Presisi

Langkah point 3.3.8 dilakukan sebanyak 7 kali pengulangan. Kemudian dihitung %RSD dan CV Horwitz jika dibutuhkan serta dibandingkan hasilnya.

### 3.3.10 Penentuan Akurasi (% Recovery)

Penentuan %Recovery dimulai dengan menggunakan penambahan larutan standar timbal sebesar 80%-120% kadar timbal dalam sampel kopi.

## **BAB 4**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb)**

Penggunaan pupuk dan pestisida yang berlebihan dan terus menerus dapat meningkatkan konsentrasi timbal (Pb) di dalam tanah dengan meninggalkan residu, setelah itu logam berat timbal (Pb) diserap ke dalam tanah dan terakumulasi dalam jaringan tanaman. Menurut SNI-2983-2014, persyaratan yang diterima untuk cemaran logam berat Timbal (Pb) maksimal 2.0 mg/kg. Prinsip pengujian logam timbal (Pb) di dalam kopi instan menurut SNI-2983-2014 adalah dengan didestruksi contoh uji dengan cara dikeringkan abu pada suhu 450 °C kemudian dilarutkan dalam larutan asam. Logam terlarut digunakan spektrofotometri serapan atom (AAS) dengan panjang gelombang maksimum 283,3 nm untuk Pb. Tujuan dari verifikasi metode tersebut adalah untuk memastikan bahwa metode SNI 2983-2014 dapat digunakan untuk pengujian secara rutin dan menghasilkan data yang dapat diterima hasilnya Adapun reaksi senyawa  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  dengan larutan  $\text{HNO}_3$  yang terjadi adalah :



Uji logam timbal pada contoh kopi bubuk kemasan instan menggunakan spektrofotometer serapan atom yaitu sampel dalam bentuk larutan akan diabsorpsi dan diubah dari bentuk larutan ke bentuk aerosol oleh nebulizer. Setelah itu akan terjadi diatomisasi dimana atom-atom timbal akan kembali ke keadaan dasar. Parameter yang tercantum pada SNI-2983-2014 untuk menentukan kadar timbal dalam kopi antara lain meliputi linearitas, limit deteksi, limit kuantitasi, presisi dan akurasi.

## **4.2 Verifikasi Metode**

Metode yang digunakan di laboratorium kimia analitik harus dievaluasi dan diuji untuk memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan data yang valid dan sesuai dengan tujuan. Verifikasi melibatkan lebih sedikit parameter percobaan dibandingkan validasi. Setiap metode baru yang diperkenalkan ke laboratorium juga harus didokumentasikan dan semua analis yang akan menggunakannya harus mendapatkan pelatihan yang memadai dan menunjukkan kompetensi mereka dalam metode sebelum memulai kerja kasus yang sebenarnya. Tahapan verifikasi mirip dengan validasi hanya saja parameter yang dilakukan tidak selengkap validasi.

Verifikasi metode uji adalah konfirmasi ulang dengan cara menguji suatu metode dengan melengkapi bukti-bukti yang obyektif, apakah metode tersebut memenuhi persyaratan yang ditetapkan dan sesuai dengan tujuan. Verifikasi sebuah metode uji bermaksud untuk membuktikan bahwa laboratorium yang bersangkutan mampu melakukan pengujian dengan metode tersebut dengan hasil yang valid. Verifikasi bertujuan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja.

## **4.3 Linearitas**

Linearitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberikan respon yang sebanding dengan konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas biasanya dinyatakan sebagai varians terhadap arah garis regresi, yang dihitung dari persamaan matematis dari data yang diperoleh dengan menguji analit pada sampel dengan konsentrasi analit yang berbeda. Pemrosesan matematis dalam menentukan linearitas dilakukan dengan menggunakan persamaan linier sebagai metode kuadrat terkecil antara hasil analisis konsentrasi analit. (Riyanto, 2014).

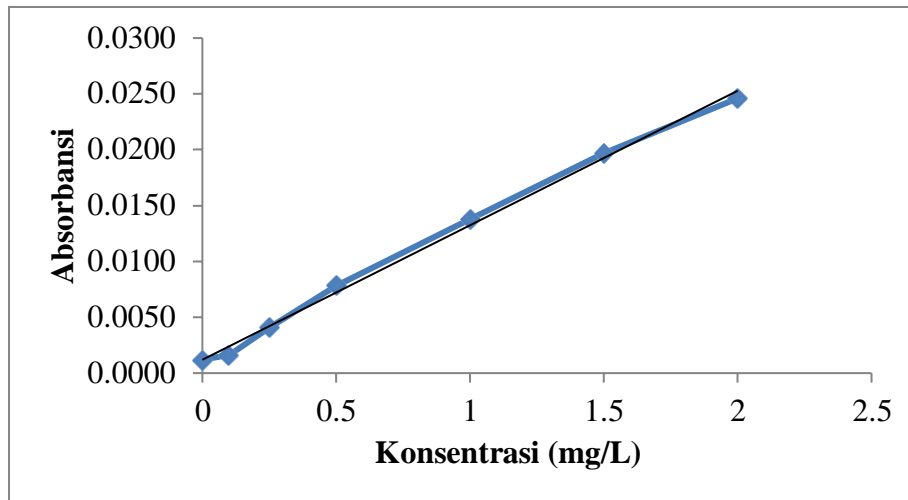
Linearitas dapat ditentukan dari hasil pengujian dengan kalibrasi kurva standar larutan  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  yang dilakukan dengan cara pembuatan deret standar kerja dengan rincian konsentrasi 0,0 ; 0,1 ; 0,25 ; 0,5 ; 1,0 ; 1,5 dan 2,0 mg/L. Masing-masing dipipet sebanyak 0 mL, 0,02 mL , 0,05 mL, 0,1 mL, 0,2 mL, 0,3 mL, dan 0,4 mL larutan baku 50 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 10 mL. Kemudian ditambahkan 0,5 mL larutan  $\text{HNO}_3$  1 N, dan diencerkan dengan akuades sampai tanda garis kemudian di kocok. Masing-masing larutan kerja yang disiapkan diukur pada panjang gelombang 283,3 nm. Kurva kalibrasi dibuat untuk mendapatkan persamaan garis regresi. Hasil yang diperoleh dari pengujian larutan standar  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  ditunjukkan pada Tabel 4.1 :

**Tabel 4.1 Hasil Absorbansi Larutan Standar  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$**

Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0,0	0,0012
0,1	0,0016
0,25	0,0041
0,5	0,0078
1,0	0,0138
1,5	0,0197
2,0	0,0246

Data yang diperoleh pada Tabel 4.1 menunjukkan bahwa konsentrasi standar yang lebih tinggi menghasilkan absorbansi yang lebih tinggi. Data pengukuran yang dihasilkan ditampilkan sebagai grafik kurva kalibrasi. Grafik berikut menunjukkan kurva kalibrasi untuk larutan standar  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  pada Gambar 4.1





Gambar 4.1 Hasil Absorbansi Larutan Standar  $Pb(NO_3)_2$

Berdasarkan hasil pada Gambar 4.1 kurva kalibrasi larutan standar  $Pb(NO_3)_2$  yang telah dilakukan, didapatkan hasil persamaan regresi linier dengan  $y = 0,0120x + 0,0012$  dengan koefisien determinasi ( $R^2$ ) 0,9961 dan koefisien korelasi ( $r$ ) 0,9980 yang menunjukkan bahwa hubungan antara absorbansi dan contoh uji bisa dikatakan linear. Hasil tersebut dapat dikatakan memenuhi syarat keberterimaan dari koefisien korelasi yang ditetapkan yaitu  $\geq 0,995$  (Riyanto,2014). Konsentrasi dari kurva kalibrasi yang didapatkan sebesar 0,5377 mg/L. Satuan deret standar berbeda dengan yang tercantum di SNI -2983-2014 dengan semulanya  $\mu\text{g/mL}$  diubah menjadi mg/L karena harus menyesuaikan satuan akhir dari acuan standar yang tertuang dalam SNI -2983-2014 yaitu mg/kg dengan menggunakan rumus perhitungan kadar timbal dalam kopi. Hasil dari penentuan kadar timbal dalam kopi pada parameter presisi dapat dilihat di pembahasan 4.3.

#### 4.4 Presisi

Presisi adalah ukuran derajat kesesuaian antara hasil pengujian individu, diukur sebagai difusi hasil individu dari rata-rata ketika prosedur diterapkan berulang kali pada sampel yang diambil dari campuran homogen. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi).

Presisi dapat dinyatakan sebagai pengulangan atau reproduktifitas. Pengulangan adalah presisi suatu metode ketika dilakukan berulang kali pada interval pendek oleh analis yang sama dalam kondisi yang sama. Jika % RSD yang diperoleh masih 2% maka dapat dikatakan hasil pengujian dapat diterima (Harmita, 2004).

Kriteria yang tepat diberikan jika metode tersebut memberikan deviasi standar relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) sebesar 2% atau kurang. Namun, kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Sebagai hasil dari penelitian, ditemukan bahwa koefisien variasi meningkat seiring dengan penurunan kadar analit (Riyanto, 2014). Hasil perhitungan presisi ditunjukkan pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2 Hasil perhitungan parameter presisi**

<b>Sampel</b>	<b>Konsentrasi Kurva Kalibrasi (mg/L)</b>	<b>Volume Sampel (L)</b>	<b>Massa Sampel (kg)</b>	<b>Konsentrasi (mg/kg)</b>	<b>RSD</b>	<b>2/3 CV Horwitz</b>	<b>Kesimpulan</b>
Pengulangan ke- 1	0,5194	0,05	0,02				
Pengulangan ke- 2	0,5556	0,05	0,02				
Pengulangan ke- 3	0,5472	0,05	0,02				
Pengulangan ke- 4	0,4861	0,05	0,02	1,3442	1,98	5,2477	Presisi
Pengulangan ke- 5	0,5500	0,05	0,02				
Pengulangan ke- 6	0,5472	0,05	0,02				
Pengulangan ke- 7	0,5583	0,05	0,02				

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari Tabel 4.2 hasil nilai %RSD yang diperoleh sebesar 1,97791 atau masih kurang dari 2%, oleh karena itu hasil pengujian yang dinyatakan dalam replitabilitas sudah dapat memenuhi syarat keberterimaan (Harmita, 2004). Presisi yang didapat ditentukan dalam %RSD (*Relatif Standar Deviation*) dengan rincian rumus sebagai berikut :

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

Komposisi pembuatan larutan untuk uji presisi masih sesuai dengan yang dianjurkan dengan menetapkan berat maksimal 20 gram dalam rentang 10-20 gram sesuai dengan anjuran SNI -2983-2014. Hasil dari penentuan batas terkecil yang dimiliki suatu instrumen dan batas terkecil dari analit dalam sampel pada parameter limit deteksi (LOD) dan limit kuantitasi (LOQ) dapat dilihat di pembahasan 4.4.

#### **4.5 *Limit of Detection dan Limit of Quantification***

Batas deteksi (LOD) adalah parameter uji batas terkecil yang dimiliki oleh suatu alat/instrumen untuk mengukur suatu jumlah analit tertentu. Menurut Torowati & Galuh (2014), batas deteksi adalah konsentrasi atau jumlah analit terkecil/terendah dalam sampel yang masih menunjukkan nilai serapan atau absorbansi pada alat tanpa harus memenuhi kriteria ketelitian dan presisi. Batas kuantifikasi (LOQ) adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih dapat diukur secara akurat dan presisi oleh instrumen/instrumen tersebut. Penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi dapat dilakukan dengan 3 cara, yaitu: *signal to noise*, penentuan blanko dan kurva kalibrasi (Riyanto, 2002). Metode penentuan limit deteksi dan limit kuantitasi pada spektrofotometer serapan atom yang umum digunakan adalah dengan menggunakan blanko.

Prinsip penentuan LOD dan LOQ menggunakan blanko adalah mengukur nilai absorbansi larutan/pelarut yang digunakan dalam analisis minimal 7 kali dengan menggunakan instrumen/instrumen tertentu. Menurut Riyanto (2002), definisi blanko dapat diterapkan ketika analisis blanko menghasilkan hasil standar deviasi yang tidak nol. Hasil dari penentuan LOD dan LOQ ditunjukkan pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3 Penentuan LOD dan LOQ**

<b>Konsentrasi (mg/kg)</b>	<b>Absorbansi (y)</b>	<b>Yi</b>	<b>Y-Yi</b>	<b>(Y-Yi)<sup>2</sup></b>
0	0,0012	0,0012	0,0000	0,00000000
0,1	0,0016	0,0024	0,0008	0,00000064
0,25	0,0041	0,0042	0,0001	0,00000001
0,5	0,0078	0,0072	-0,0006	0,00000040
1	0,0138	0,0132	-0,0006	0,00000036
1,5	0,0197	0,0192	-0,0005	0,00000022
2	0,0246	0,0252	0,0006	0,00000036
<b>Jumlah</b>				0,00000199
<b>Sy/x</b>				0,00063070
<b>LOD</b>				0,1577
<b>LOQ</b>				0,5256

Berdasarkan hasil pada Tabel 4.3 diperoleh data dari perhitungan dari parameter LOD dan LOQ sebesar 0,1577 mg/L dan 0,5256 mg/L. Nilai LOD yang ditunjukkan mempunyai arti bahwa konsentrasi terkecil yang diperoleh dapat terbaca secara kualitatif oleh metode yang diterapkan, sehingga apabila konsentrasi Pb yang didapatkan masih kurang dari 0,1577 maka dapat disimpulkan hasil konsentrasi tersebut tidak terdeteksi.

Nilai LOQ bisa diartikan pula sebagai nilai kuantitas terkecil untuk kemudian dijadikan syarat untuk parameter presisi dan akurasi yang lebih optimal dari hasil yang didapat atau dengan kata lain hasil pengujian dikatakan valid ketika konsentrasi dari tingkat presisi dan akurasi dapat melebihi nilai LOQ yang diperoleh dengan rincian nilai minimal 0,5256 mg/L. Hasil dari penentuan derajat ketepatan atau nilai benar dalam suatu pengulangan pada parameter akurasi dapat dilihat di pembahasan 4.5.

#### **4.6 Akurasi**

Akurasi adalah akurasi antara nilai yang diukur dan nilai aktual yang diperoleh (Gary, 1996). Akurasi adalah kemampuan metode analisis untuk mendapatkan nilai yang akurat setelah interaksi berulang. Semakin dekat nilai replika dalam analisis dengan sampel nyata, semakin akurat metodenya (Khan dkk, 1996).

Uji akurasi dilakukan dengan minimal tiga kali replikasi. Uji perolehan kembali dilakukan dengan adanya sedikit penambahan dari standar baku yang dipakai ke dalam sampel (spike). Penentuan %Recovery didapatkan dari hasil kadungan larutan dalam spike yang dikurangi kandungan sampel tanpa spike dibagi konsentrasi standar yang ditambahkan dikali 100%. Penambahan standar ke dalam sampel yaitu sebanyak 0,0010 gram. *Spiking* dilakukan sebanyak 3 replikasi. Perhitungan uji perolehan kembali tidak perlu dikonversi satuannya karena sudah mengacu pada AOAC 2002 yang menyatakan rentang yang sesuai dengan kadar yang dihasilkan yaitu 80-115%. Hasil dari penentuan akurasi dapat dilihat di Tabel 4.4. Perhitungan persentase recovery dapat dihitung dengan persamaan sebagai berikut :

$$\% \text{Recovery} = \frac{A-B}{C} \times 100\%$$

Keterangan :

A = Konsentrasi Spike

B = Konsentrasi Sampel

C = Konsentrasi Target

Tabel 4.4 Hasil Penentuan Akurasi

Nama Sampel	Absorbansi	Konsentrasi (mg/kg)	Penambahan Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	%Recovery
Spike 1	0,1361	28,0958	0,012	91,54%
Spike 2	0,1460	30,1652	0,011	
Spike 3	0,1528	31,5887	0,012	
Rata-rata		29,9499	0,012	

Berdasarkan hasil daripada penelitian kali ini, diperoleh nilai dari hasil pengujian % *recovery* sebesar 91,54%. Hasil ini menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh dapat dikatakan masuk dalam rentang *recovery* yang baik. *Recovery* yang baik yaitu memenuhi syarat standar yang ditetapkan AOAC pada 2002 yaitu 80-115%. Hasil dari penentuan ketelitian hasil pengukuran dan faktor koreksi pada alat yang bertujuan untuk mengevaluasi suatu laboratorium dalam melakukan pengujian pada parameter estimasi ketidakpastian pengukuran dapat dilihat di pembahasan 4.6.

#### 4.7 Evaluasi Estimasi Ketidakpastian

Laboratorium kalibrasi ISO/IEC 17025:2005 telah menetapkan persyaratan mengenai ketidakpastian. Artinya, di Bagian 4.5.6, laboratorium harus memiliki dan menerapkan prosedur untuk memperkirakan ketidakpastian pengukuran (Riyanto, 2014).

Pengertian istilah ketidakpastian pengukuran yang digunakan dalam peraturan ini didasarkan pada kosakata dasar dan istilah yang umum digunakan dalam metrologi, yaitu parameter yang mencirikan penyebaran suatu nilai yang cukup dan berkaitan dengan hasil pengukuran yang dapat dikaitkan dengan: pengukuran. (Riyanto, 2004).

Perhitungan nilai ketidakpastian pengukuran ditentukan dari parameter sumber-sumber kesalahan yang digambar dalam diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan akan memberikan informasi faktor-faktor yang mempengaruhi pengukuran kadar timbal. Estimasi ketidakpastian pengukuran logam timbal bertujuan untuk mengetahui hasil penentuan logam timbal dalam kopi hijau bubuk kemasan instan yang dilakukan telah valid.

Langkah-langkah menentukan ketidakpastian pengukuran yaitu dimulai dari membuat prosedur kerja, menentukan rumus pengujian, membuat ketidakpastian diagram tulang ikan, menentukan ketidakpastian baku, menentukan ketidakpastian gabungan, kemudian yang terakhir menentukan ketidakpastian diperluas. Adapun rumus penentuan ketidakpastian.

$$\text{Kadar Timbal (mg/kg)} = \frac{C \times V}{m}$$

Keterangan :

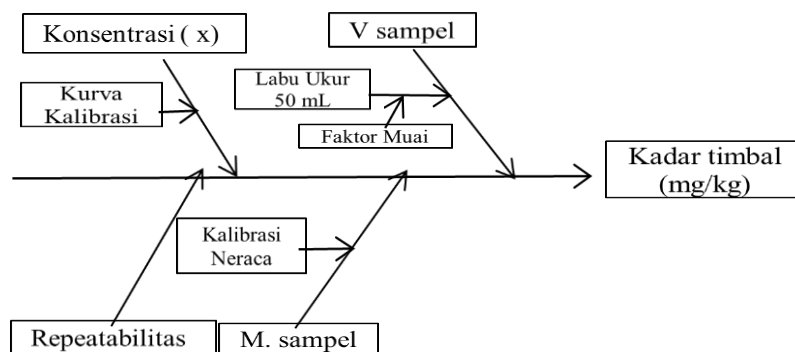
C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L)

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam liter (L)

m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

### **Diagram Tulang Ikan**

Tahapan kedua dalam menentukan estimasi ketidakpastian adalah menentukan diagram tulang ikan, sebagaimana tercantum didalam gambar 4.2.



Gambar 4.2 Diagram Tulang Ikan Penentuan Timbal Pada Sampel

Berdasarkan pada Gambar 4.2 diagram tulang ikan pada penentuan logam timbal pada kopi hijau kemasan instan dapat dilihat bahwa faktor-faktor penyumbang pada ketidakpastian penentuan logam timbal pada kopi hijau kemasan instan yaitu terdiri dari konsentrasi kurva kalibrasi, massa sampel, volume sampel, dan presisi. Hasil perhitungan ketidakpastian gabungan dan diperluas pada penentuan logam timbal pada kopi hijau kemasan instan dapat disajikan pada Tabel 4.5

Tabel 4.5 Nilai estimasi ketidakpastian gabungan dan diperluas

No	Lambang	Deskripsi	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku ( $\mu(x)$ )	Ketidakpastian Relatif ( $\mu(x)/x$ )
1	$C_0$	Konsentrasi dari kurva kalibrasi	0,5377	mg/L	0,0325	0,0604
2	V	Volume Sampel	50	mL	0,000015	0,0000004
3	M	Massa Sampel	20	g	0,00005	0,0000023
4	P	Presisi	1		0,0198	0,0198
<b>Ketidakpastian Gabungan (<math>\mu</math>)</b>						<b>0,0855</b>
<b>Ketidakpastian Diperluas (<math>\mu</math>)</b>						<b>0,1710</b>



Hasil analisis logam timbal pada sampel kopi hijau yaitu  $1,34 \pm 0,17$  mg/kg atau 7,8% dari kadar. Penyumbang ketidakpastian terbesar yaitu berasal dari kurva kalibrasi sebesar 75,3 %. Secara keseluruhan dapat disajikan sesuai dengan tabel 4.6 Kontribusi penyumbang ketidakpastian terbesar dari konsentrasi karena dipengaruhi oleh faktor standar deviasi residual kurva kalibrasi, konsentrasi larutan standar dan preparasi sampel.

Tabel 4.6 Kontribusi ketidakpastian kadar logam timbal pada sampel

<b>No</b>	<b>Ketidakpastian Pengukuran</b>	<b>Ketidakpastian</b>	<b>Kontribusi</b>
	<b>Asal</b>	<b>Relatif</b>	
1	Konsentrasi dari kurva kalibrasi	0,0604	75,3 %
2	Volume Sampel	0,0000004	0,0005 %
3	Massa Sampel	0,0000023	0,0028 %
4	Presisi	0,0198	24,7 %
	Jumlah	0,0802	100 %

## **BAB 5**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan verifikasi pada penentuan logam timbal pada kopi hijau kemasan instan yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa hasil verifikasi tersebut dinyatakan baik, adapun hasil pengujian dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Hasil verifikasi metode pengujian timbal (Pb) dalam kopi hijau (*Green Coffee*) instan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) diperoleh kadar timbal sebesar 1,3442 mg/kg. Hasil ini masih dapat memenuhi syarat acuan keberterimaan yang ditetapkan oleh SNI 2983-2014 untuk logam timbal dalam kopi instan dengan maksimal nilai timbal sebesar 2 mg/kg dalam kopi instan.
2. Hasil unjuk kerja dari metode analisa Verifikasi Metode Pengujian Timbal (Pb) Dalam Kopi Hijau (*Green Coffee*) Instan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) sesuai SNI 2983-2014 ditinjau dari parameter linearitas, limit deteksi, presisi, akurasi dan penentuan ketidakpastian dapat diketahui hasilnya yang tertuang dalam rincian berikut :
  - a) Koefisien korelasi yang dihasilkan sebesar 0,9980 yang menyatakan bahwa linearitas yang diperoleh dapat dikatakan baik dan memenuhi syarat keberterimaan, karena koefisien determinasi yang dihasilkan melebihi 0,995 dan menghasilkan koefisien korelasi yang valid.
  - b) Batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ) yang dihasilkan berturut-turut sebesar 0,1577 mg/L dan 0,5256 mg/L.

- c) Nilai %RSD yang dihasilkan sebesar 1,98% yang menyatakan bahwa metode yang digunakan pada penentuan presisi masih dapat dikatakan baik karena masih memenuhi syarat keberterimaan yang masih kurang dari angka 2%.
- d) Nilai %*Recovery* yang dihasilkan sebesar 91,54% yang menyatakan bahwa metode yang digunakan pada penentuan akurasi masih dapat dikatakan baik karena masih memenuhi syarat keberterimaan yaitu masuk dalam rentang 80-115% dalam kadar 10 ppm.
- e) Penyumbang kontribusi terbesar dari parameter estimasi ketidakpastian yaitu berasal dari kurva kalibrasi yaitu sebesar 75,3%.
- f) Hasil penelitian ini mampu memenuhi keakuratan metode yang digunakan. Metode analisis yang digunakan juga sudah mampu mengidentifikasi secara valid dan akurat dengan tingkat kepercayaan yang tinggi sehingga mampu dipertanggung jawabkan.

## 5.2 Saran

Berdasarkan hasil dari penelitian yang telah dilaksanakan di Laboratorium Kimia Terapan Universitas Islam Indonesia, saran yang bisa disampaikan penulis antara lain :

1. Perlu dilakukan perbandingan sesuai dengan metode standar untuk menentukan ada atau tidaknya perbedaan pengujian timbal dalam contoh kopi hijau kemasan instan
2. Perlu dilakukan perbandingan dengan instrumentasi lain seperti ICP-OES, Spektrofotometer UV-Vis, atau metode voltametri untuk melihat tingkat perbandingan akurasi dan presisi dari hasil pengujian timbal pada contoh kopi hijau kemasan instan.

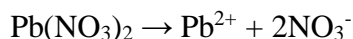
## DAFTAR PUSTAKA

- Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Anshori., (2005). *Spektroskopi Serapan Atom*. Bandung: Universitas Padjajaran.
- AOAC. (2002). *Guidelines For Validation of Microbiological Methods For Food And Environmental Surfaces, AOAC International*
- Aprilia S, Zarah P, & Aryo P (2018)., *Pengaruh Current Ratio, Total Asset Turnover dan Debt To Equity Ratio Terhadap Price To Book Value Dengan Return On Asset Sebagai Variable Intervening*, Jember ; Universitas Jember.
- Badan Standarisasi Nasional,. (2014) *SNI 2983-2014 Tentang Kopi Instan*. Jakarta ; BadanStandaridasi Nasional
- Cornelis., (2019)., *The Impact of Caffeine and Coffee on Human Health.*, Chicago IL 60611, USA.
- Darmono.,(1995)., *Logam Dalam Biologi Makhluk Hidup.*, UI-Pres. Jakarta
- Day, R. A. dan A.L Underwood. (1989). *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta : Erlangga.
- Gary. (1996). *Analytical Chemistry (5th edition)*. New York: Jhon Wiley & Sons Inc.
- Gunandjar, (1985)., *Diktat Kuliah Spektrofotometri Serapan Atom*, 1- 4, 16, BATAN, Yogyakarta.
- Harmita. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Perhitungannya. Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol 1, NO 3, 177-135.
- Kantasubrata, JK.( 2008). *Pelatihan Validasi dan Vrifikasi Metode Pengujian Disampaikan dalam Pelatihan dan Verifikasi Badan Standardisasi Nasional*.
- Khan, S., & Mark A. J., (1996). *Laboratory Statistics (3th edition)*. Inc. Missouri: Mosby Year Book. Li Sihai, Charles Tang, Ng Kok Chin, Yeoh G
- Khopkar, S. M. (2002). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.

- Malkapuram S, Venkataraman K, Tongaonkar R, Taran S, Kolla L, & Rajagopalan L. (2016). *Green Coffee Protects H9C2 Cardiomyocytes from Docorubicin Inducted Apoptosis*. Journal of Medical Plant. 10(1) : 89-97.
- Octavia, (2012), *Penetapan Kadar Lidokain HCl Dalam Sediaan Injeksi Secara Spektrofotometri Serapan Atom Tidak Langsung* , Yogyakarta ; Farmasi, Universitas Sanata Dharma.
- Panggabean, Edy. (2011). *Buku Pintar Kopi*. Jakarta : PT. Argo Media Utama.
- Purba, D. F. (2009). *Analisis Pencemaran Logam Berat Pada Air Sumur Bor Dengan Metode Spektrofotometri Untuk Dapat digunakan Sebagai Air Minum Di Kecamatan Medan-Belawan*. Medan: Universitas Sumatera Utara.
- Riyanto.,(2014)., *Validasi Metode Pengujian*, Yogyakarta; Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.
- Samadi M, Mohammadshahi M, & Haidari F. (2015). *Green Coffee Bean Extract as a Weigth Loss Supplement*. Journal Nutritional Disorders and Theraphy. 5(4).
- Skoog, Douglas A. (2000) *Analytical Chemistry An Introduction*. Saunders College Publishing. USA.
- Sudarmo., (1990)., *Pengendalian Serangan Hama Jagung Subiyakto Sudarmo.*, Yogyakarta., Indonesia.
- Tuloly., (2013)., *Analisis Kandungan Timbal (Pb) Pada Jajanan Pinggiran Jalan Kecamatan Kota Tengah Kota Gorontalo.*, Universitas Negeri Gorontalo., Indonesia.
- Winarno, F.G., (1993)., *Pangan, Gizi, Teknologi dan Konsumen* .,Jakarta., Gramedia. Pustaka Utama.

## LAMPIRAN 1. Analisis Data

### 1. Pembuatan Larutan Baku Pb 1000 mg/L dari Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>



$$\text{Mol Pb}(\text{NO}_3)_2 = \text{Mol Pb}^{2+}$$

$$\text{Massa Pb}(\text{NO}_3)_2 = \frac{C \times Mr \times V}{Ar}$$

$$\text{Massa Pb}(\text{NO}_3)_2 = \frac{C \times Mr \times V}{Ar}$$

$$\text{Massa Pb}(\text{NO}_3)_2 = \frac{1000 \text{ mg/L} \times 331 \text{ g/mol} \times 0,05 \text{ L}}{207 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Massa Pb}(\text{NO}_3)_2 = 79,851 \text{ mg}$$

$$\text{Massa Pb}(\text{NO}_3)_2 = 0,0799 \text{ g}$$

Kesimpulan : Massa Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> yang perlu ditimbang untuk membuat larutan baku Pb 1000 mg/L dari Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> sebanyak 50 mL adalah 0,0799 gram

### 2. Pembuatan Larutan Standar Pb 50 mg/L

Diketahui :

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 1000 \text{ mg/L} = 50 \text{ mL} \times 50 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

Kesimpulan : Volume larutan baku Pb 1000 mg/L yang perlu diambil untuk membuat larutan standar Pb 50 mg/L adalah 2,5 mL

### 3. Pembuatan Larutan Asam Nitrat HNO<sub>3</sub> 0,1 N

$$\text{Berat jenis HNO}_3 (\rho) = 1,40 \text{ gram/ml}$$

$$\text{Kadar HNO}_3 \text{ pekat} = 65\%$$

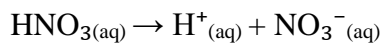
$$\text{Mr HNO}_3 = \text{Ar H} + \text{Ar N} + (3 \times \text{Ar O})$$

$$= 1 + 14 + (3 \times 16)$$

$$= 63 \text{ g/mol}$$

$$V = 1000 \text{ mL}$$

Normalitas HNO<sub>3</sub> dalam 1 L larutan adalah :



$$N = \frac{\rho \times \% \times 10}{Mr} \times \text{valensi}$$

$$N = \frac{1,40 \text{ g/mL} \times 65 \% \times 10}{63 \text{ g/mol}} \times 1$$

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

Kesimpulan : Konsentrasi yang dihasilkan dari HNO<sub>3</sub> pekat 65% dalam normalitas adalah 14,4 N

Diketahui nilai normalitas asam nitrat 65 % adalah 14,4 N.

Dengan menggunakan rumus pengenceran , maka :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$14,4 \text{ N} \times V_1 = 0,1 \text{ N} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,1 \text{ N} \times 50 \text{ mL}}{14,4 \text{ N}}$$

$$V_1 = 0,3472 \text{ mL}$$

Kesimpulan : Volume larutan HNO<sub>3</sub> pekat 65% yang perlu diambil untuk membuat 50 mL larutan HNO<sub>3</sub> 0,1 N adalah 0,3472 mL.

#### 4. Pembuatan Larutan Asam Klorida HCl 6 N

$$\text{Berat jenis HCl } (\rho) = 1,19 \text{ gram/ml}$$

$$\text{Kadar HCl pekat} = 37 \%$$

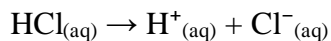
$$\text{Mr HCl} = \text{Ar H} + \text{Ar Cl}$$

$$= 1 + 35,5$$

$$= 36,5 \text{ g/mol}$$

$$V = 1000 \text{ mL}$$

Molaritas HCl 6 N dalam 1 L larutan adalah :



$$N = \frac{\rho \times \% \times 10}{Mr} \times \text{valensi}$$

$$N = \frac{1,19 \text{ g/mL} \times 37 \% \times 10}{36,5 \text{ g/mol}} \times 1$$

$$N = 12,06 \text{ N}$$

Kesimpulan : Konsentrasi yang dihasilkan dari HCl pekat 65% dalam normalitas adalah 12,06 N

Diketahui nilai normalitas asam klorida 37 % adalah 12,06 N.

Dengan menggunakan rumus pengenceran , maka :

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2$$

$$12,06 \text{ N} \times V_1 = 6 \text{ N} \times 50 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{6 \text{ N} \times 50 \text{ mL}}{12,06 \text{ N}}$$

$$V_1 = 24,8756 \text{ mL}$$

Kesimpulan : Volume larutan HCl pekat 37 % yang perlu diambil untuk membuat 50 mL larutan HNO<sub>3</sub> 0,1 N adalah 24,8756 mL

## 5. Pembuatan Larutan Seri Pb

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$V_1 = \frac{C_2 \times V_2}{C_1}$$

Keterangan :

C<sub>1</sub> = Konsentrasi Larutan Awal Larutan Baku

C<sub>2</sub> = Konsentrasi Larutan Akhir Larutan Baku

V<sub>1</sub> = Volume Awal Larutan Baku

V<sub>2</sub> = Volume Akhir Larutan Baku

Diketahui :

$$C_1 = 50 \text{ mg/L}$$

$$C_2 = 0 \text{ mg/L} ; 0,25 \text{ mg/L} ; 0,5 \text{ mg/L} ; 1 \text{ mg/L} ; 1,5 \text{ mg/L} ; 2 \text{ mg/L}.$$

$$V_2 = 10 \text{ mL}$$

Ditanya : V<sub>1</sub> untuk membuat larutan deret standar ?

Dijawab :

Perhitungan larutan deret standar yaitu :

1. Konsentrasi 0 mg/L

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

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

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



2. Konsentrasi 0,1 mg/L

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

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

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

$$V_1 = 0,02 \text{ mL.}$$

3. Konsentrasi 0,25 mg/L

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,25 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,25 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,05 \text{ mL.}$$

4. Konsentrasi 0,5 mg/L

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \times V_1 = 0,5 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ mg/L}}$$

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

5. Konsentrasi 1 mg/L

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

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

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

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

6. Konsentrasi 1,5 mg/L

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$50 \text{ mg/L} \times V_1 = 1,5 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1,5 \text{ mg/L} \times 10 \text{ mL}}{50 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,3 \text{ mL.}$$

7. Konsentrasi 2 mg/L

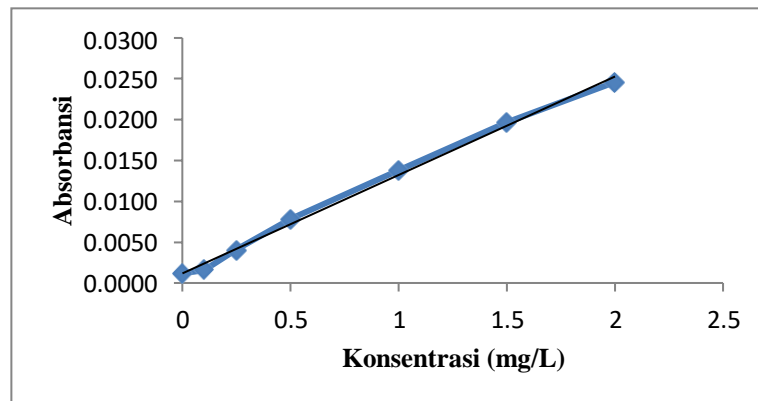
$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

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

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

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

Kesimpulan : Volume larutan baku 50 mg/L yang diambil dari masing-masing deret standar yang dibuat dalam berbagai konsentrasi yaitu 0 mL ; 0,02 mL ; 0,05 mL ; 0,1 mL ; 0,2 mL ; 0,3 mL ; 0,4 mL untuk volume total 10 mL.



Dari data pengamatan grafik kurva kalibrasi, diperoleh hasil :

persamaan regresi linear  $y = 0,0120x + 0,0012$

Slope = 0,0120

Intersep = 0,0012

Koefisien determinasi ( $R^2$ ) = 0,9961

Koefisien Korelasi ( $R$ ) = 0,9980

## 6. Pengukuran Presisi

Sampel	Konentrasi Kurva Kalibrasi (mg/L)	Volume Sampel (L)	Massa Sampel (kg)	Konsentrasi (mg/kg)	SD	RSD	Kesimpulan
Sampel 1	0,5194	0,05	0,02	1,2986			
Sampel 2	0,5556	0,05	0,02	1,3889			
Sampel 3	0,5472	0,05	0,02	1,3681			
Sampel 4	0,4861	0,05	0,02	1,2153	0,03	1,98	Presisi
Sampel 5	0,5500	0,05	0,02	1,3750			
Sampel 6	0,5472	0,05	0,02	1,3681			
Sampel 7	0,5583	0,05	0,02	1,3958			

Perhitungan :

$$y = 0,0120x + 0,0012$$

Konsentrasi contoh uji (x) :

$$\left( \frac{0,0077 - 0,0012}{0,0120} \right) \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L} / (0,02 \text{ kg}) = 1,3442 \text{ mg/kg}$$

$$\text{SD} = \sqrt{\frac{\sum(x-x_i)^2}{n-1}} = \frac{0,0254}{7-1} = 0,0266$$

$$\% \text{RSD} = \frac{\text{SD}}{x} \times 100\% = \frac{0,0266}{1,3442} \times 100 = 1,98 \%$$

## 7. Penentuan Akurasi

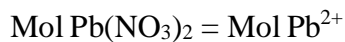
Nama sampel	Absorbansi	Konsentrasi Target (mg/kg)	Konsentrasi Terukur (mg/kg)	% Recovery
Spike 1	0,1361		28,0958	
Spike 2	0,1460	31,2500	30,1652	91,54
Spike 3	0,1528		31,5887	
Rata-rata			29,9499	

Perhitungan :

$$y = 0,0120x + 0,0012$$

$$\text{Konsentrasi contoh uji (x)} : \frac{\frac{0,1450 - 0,0012}{0,0120} \times 0,05 \text{ L}}{0,02 \text{ kg}} = 29,9499 \text{ mg/kg}$$

Konsentrasi Target :



$$\frac{\text{Massa Pb(NO}_3)_2}{\text{Mr Pb(NO}_3)_2 \text{ g/mol}} = \frac{\text{Massa Pb g}}{\text{Ar Pb g/mol}}$$

$$\frac{1 \text{ mg}}{331,2 \text{ g/mol}} = \frac{\text{Massa Pb g}}{207 \text{ g/mol}}$$

$$\text{Massa Pb g} = \frac{1 \text{ mg} \times 207 \text{ g/mol}}{331,2 \text{ Pb g/mol}}$$

$$\text{Massa Pb g} = 0,625 \text{ mg}/0,02 \text{ kg}$$

Menghitung konsentrasi target :

$$\text{Massa Pb g} = \frac{C \text{ target}}{\text{Massa total}}$$

$$\frac{0,625 \text{ mg}}{0,02 \text{ kg}} = \frac{C \text{ target}}{1 \text{ kg}}$$

$$C \text{ target} = \frac{0,625 \text{ mg} \times 1 \text{ kg}}{0,02 \text{ kg}}$$

$$C \text{ target} = 31,25 \text{ mg/kg}$$

$$\% \text{Recovery} = \frac{\text{Konsentrasi Spike} - \text{Konsentrasi sampel}}{\text{Konsentrasi target}} \times 100 \%$$

$$\% \text{Recovery} = \frac{29,9499 \text{ mg/kg} - 1,3442 \text{ mg/kg}}{31,25 \text{ mg/kg}} \times 100 \%$$

$$\% \text{Recovery} = 91,54 \%$$

## 7. Pengukuran LOD dan LOQ

Konsentrasi	Absorbansi (y)	Yi	Y-Yi	(Y-Yi) <sup>2</sup>
0	0,0012	0,0012	0,0000	0,00000000
0,1	0,0016	0,0024	0,0008	0,00000064
0,25	0,0041	0,0042	0,0001	0,00000001
0,5	0,0078	0,0072	-0,0006	0,00000040
1	0,0138	0,0132	-0,0006	0,00000036
1,5	0,0197	0,0192	-0,0005	0,00000022
2	0,0246	0,0252	0,0006	0,00000036
Jumlah				0,00000199
Sy/x				0,00063070
LOD				0,1577 mg/kg
LOQ				0,5256 mg/kg

Perhitungan :

$$y = 0,0120x + 0,0012$$

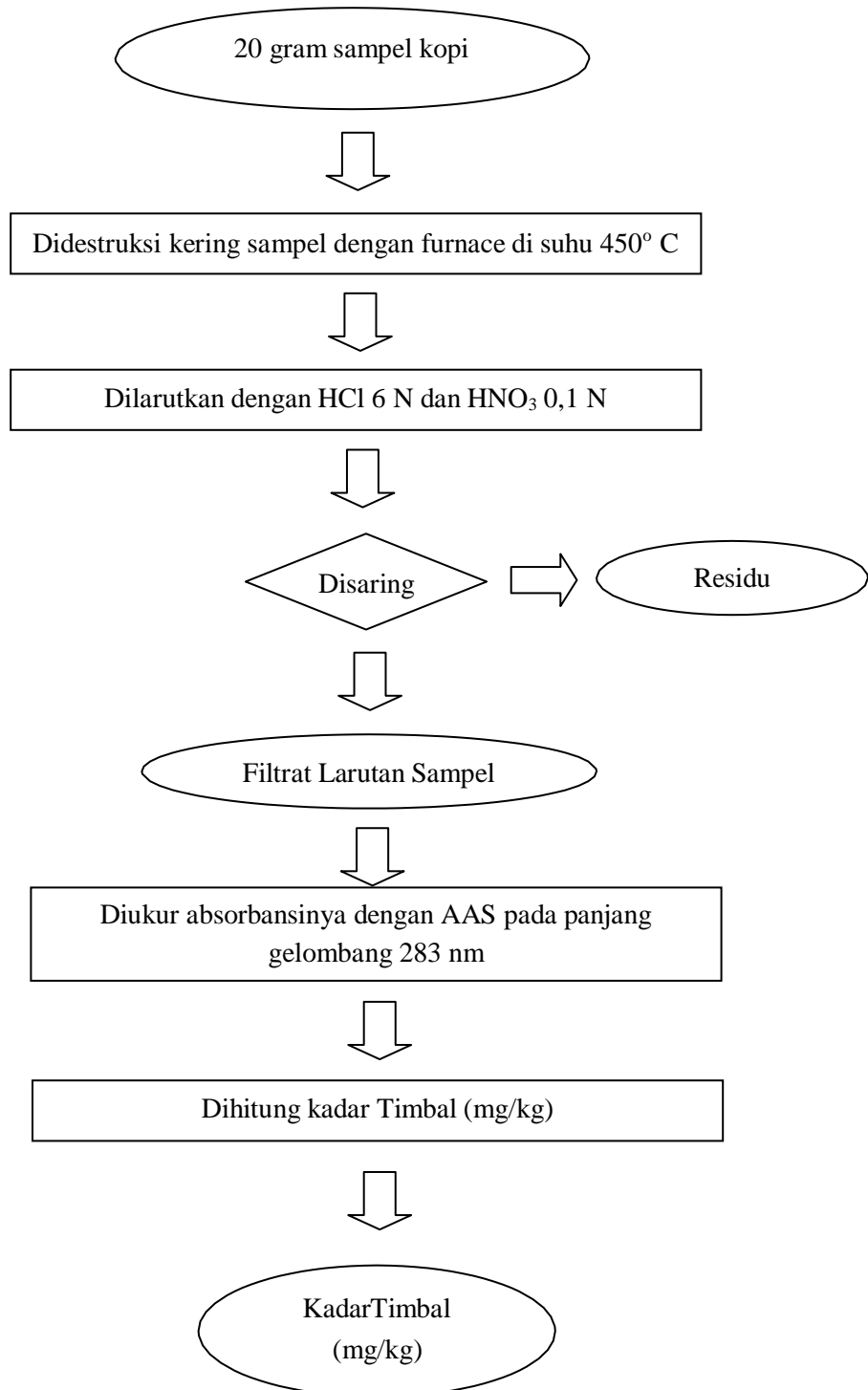
$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum(Y-Y_i)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{0,00000199}{7-2}} = 0,0006$$

$$LOD = \frac{3 \times \frac{S_{y/x}}{x}}{Slope} = \frac{3 \times 0,0006}{0,0120} = 0,1577 \frac{mg}{kg}$$

$$LOQ = \frac{10 \times \frac{S_{y/x}}{x}}{Slope} = \frac{10 \times 0,0006}{0,0120} = 0,5256 \frac{mg}{kg}$$

## 8. Estimasi Ketidakpastian

### a. Prosedur penentuan logam berat timbal



b. Rumus perhitungan kadar logam berat timbal

$$\text{Kadar logam berat timbal (mg/kg)} = \frac{c \times V}{m} = \frac{\left(\frac{y-b}{a}\right) \text{mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,02 \text{ kg}}$$

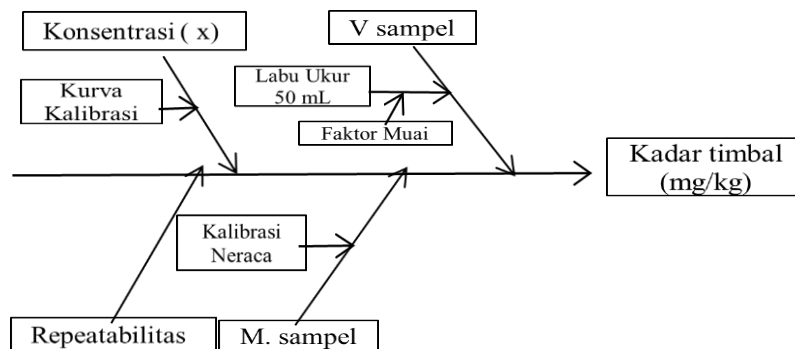
Keterangan :

C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam miligram per liter (mg/L)

V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam liter (L)

m adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (kg).

c. Diagram tulang ikan



Keterangan :

X = konsentrasi dari kurva kalibrasi

V = volume sampel yang diuji

m = Massa sampel yang ditimbang

Repeatabilitas = Keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek (Riyanto, 2014).

d. Penentuan estimasi ketidakpastian

a. Ketidakpastian kurva kalibrasi

No	Cj (mg/L)	Absorbansi (Aj)		(B0 + B1.Cj)	[Aj - (B0 + B1.Cj)]^2	(Cj - Cbar)	(Cj - Cbar)^2	
1	0,00	A1	0,0013	0,0012	0,0012	0,0E+00	-0,7643	0,5841
		A2	0,0011					
		A3	0,0012					
2	0,10	A1	0,0014	0,0016	0,0024	6,40E-07	-0,6643	0,4413
		A2	0,0015					
		A3	0,0019					
3	0,25	A1	0,0044	0,0041	0,0042	1,00E-08	-0,5143	0,2645
		A2	0,0040					
		A3	0,0039					
4	0,50	A1	0,0076	0,0078	0,0072	4,01E-07	-0,2643	0,0698
		A2	0,0079					
		A3	0,0080					
5	1,00	A1	0,0136	0,0138	0,0132	3,60E-07	0,2357	0,0556
		A2	0,0136					
		A3	0,0142					
6	1,50	A1	0,0205	0,0197	0,0192	2,18E-07	0,7357	0,5413
		A2	0,0194					
		A3	0,0191					
7	2,00	A1	0,0246	0,0246	0,0252	3,60E-07	1,2357	1,5270
		A2	0,0252					
		A3	0,0240					
C <sup>-</sup>	0,8	$\sum[Aj - (B0 + B1 \cdot Cj)]^2$			2,E-06	Sxx	3,4836	

No	Deskripsi	Nilai
1	S (standar deviasi)	0,0006
2	B <sub>1</sub> (slope)	0,0120
3	p (jumlah sampel)	7
4	n (jumlah standar)	7
5	C <sub>0</sub> (C sampel)	1,3442
6	(C standar rata-rata)	0,76
7	Sxx	3,4836
8	μ(C <sub>0</sub> )	0,0325



Perhitungan Kurva kalibrasi

$$y = 0,0120x + 0,0012$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n [A_j - (B_0 + B_1 \cdot C_j)]^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{0,00000199}{7-2}} = 0,0006$$

$$S_{xx} = \sum_{j=1}^n (C_j - \bar{C})^2 = 3,4836$$

$$\mu(C_0) = \frac{s}{B_1} \times \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C})^2}{S_{xx}}} = \frac{0,0006}{0,0120} \times \sqrt{\frac{1}{7} + \frac{1}{7} + \frac{(1,3442 - 0,76)^2}{3,4836}} =$$

0,0325

Ketidakpastian Massa

No	Deskripsi	Nilai
1	Sertifikat Kalibrasi	0,00009
2	Faktor Cakupan	2
3	$\mu(M_{\text{sampel}})$	0,00005

Ketidakpastian pengukuran dinyatakan pada tingkat kepercayaan 95% (U95), dengan faktor cakupan (k) = 2,0.

Perhitungan Ketidakpastian Massa Sampel

$$\mu(M_{\text{sampel}}) \frac{s}{K} = \frac{0,00009}{2} = 0,00005 \text{ gram}$$

Ketidakpastian Asal Labu Ukur 50 mL

No.	Deskripsi	Nilai
1.	a (volume kalibrasi) (mL)	0,06
2.	$\sqrt{3}$	1,7321
3.	$\mu(V_a)$	0,0346

**Faktor muai**

No.	Deskripsi	Nilai
1.	V	0,0346
2.	$\beta$	0,00021
3.	$\Delta T$	5
4.	$\sqrt{3}$	1,7321
5.	$\mu(T_a)$	0,000021

Perhitungan Ketidakpastian Asal Labu Ukur 50 mL

$$\mu(Va) = \frac{a}{\sqrt{3}} = \frac{0,06}{1,7321} = 0,0346$$

Mencari faktor muai

$$\mu(Ta) = \frac{(\alpha \beta \Delta T)}{\sqrt{3}} = \frac{(0,0346 \times 0,00021 \times 5)}{1,7321} = 0,000021$$

### Ketidakpastian Presisi

Pengulangan	Konsentrasi (mg/kg)
1	1,2986
2	1,3889
3	1,3681
4	1,2153
5	1,3750
6	1,3681
7	1,3958
Rata-rata	1,3442 mg/kg
SD	0,0266
%RSD	1,98 %

No	Deskripsi	Nilai
1	RSD	1,98
2		100
3	$\mu(P)$	0,0198

Perhitungan Ketidakpastian Presisi

$$\mu(P) = \frac{RSD}{100} = \frac{1,98}{100} = 0,0198$$

### Ketidakpastian Gabungan

No	Lambang	Deskripsi	Nilai	Satuan	Ketidakpastian Baku ( $\mu(x)$ )	Ketidakpastian Relatif ( $\mu(x)/x$ )
1	$C_0$	Konsentrasi dari kurva kalibrasi	0,5377	mg/L	0,0325	0,0604
2	V	Volume Sampel	50	mL	0,000021	0,0000004
3	M	Massa Sampel	20	g	0,00005	0,0000023
4	P	Presisi	1		0,0198	0,0198
					<b>Ketidakpastian Gabungan (<math>\mu_c</math>)</b>	<b>0,0855</b>
					<b>Ketidakpastian Diperluas (<math>\mu</math>)</b>	<b>0,1710</b>

### Perhitungan Ketidakpastian Gabungan

$$\frac{\mu_c}{C} = \sqrt{\left(\frac{\mu_{C_0}}{C_0}\right)^2 + \left(\frac{\mu_{V_1}}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\mu_M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\mu_P}{P}\right)^2} \times \text{konsentrasi}$$

$$\mu_c = \sqrt{((0,0604)^2 + (0,0000004)^2 + (0,0000023)^2 + (0,0050808)^2)} \times \text{konsentrasi}$$

$$\frac{\mu_c}{C} = 0,0855 \text{ mg/kg}$$

### Perhitungan Ketidakpastian Diperluas

Pada tingkat kepercayaan 95%  $k=2$ , maka:

$$\begin{aligned} \mu &= k \times \mu_{\text{Gabungan}} \\ &= 2 \times 0,0855 \text{ mg/kg} \\ &= 0,1710 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

Maka, kadar yang didapat sebesar  $1,3442 \pm 0,1710 \text{ mg/kg}$ .

## LAMPIRAN 2. Syarat mutu, Sertifikat Kalibrasi, dan Referensi Acuan.

SNI 2983:2014

Tabel 1 – Syarat mutu kopi instan

No.	Kriteria uji	Satuan	Persyaratan
1	Keadaan		
1.1	Bau	-	Normal
1.2	Warna	-	Normal
2	Air	% (b/b)	maks. 4*/maks. 5**
3	Abu	% (b/b)	6 - 14
4	Kafein	%	min. 2,5 ***/ maks. 0,3****
5	Otentisitas kopi		
5.1	Total Glukosa	%	maks. 2,46
5.2	Total Xylosa	%	maks. 0,45
6	Kelarutan dalam air panas/dingin	-	larut dalam 30 detik/3 menit
7	Cemaran logam		
7.1	Timbal (Pb)	mg/kg	maks. 2,0
7.2	Kadmium (Cd)	mg/kg	maks. 0,2
7.3	Timah (Sn)	mg/kg	maks. 40,0 / maks. 250,0*****
7.4	Merkuri (Hg)	mg/kg	maks. 0,03
8	Cemaran arsen (As)	mg/kg	maks. 1,0
9	Cemaran mikroba		
9.1	Angka lempeng total	koloni/g	maks. $3 \times 10^3$
9.2	Kapang dan khamir	koloni/g	maks. $1 \times 10^2$
10	Okratoksin A	$\mu\text{g}/\text{kg}$	maks. 10
<b>CATATAN:</b> * Pengujian dengan metode <i>oven vacuum</i> ** Pengujian dengan metode <i>Karl Fischer</i> *** Kadar kafein kopi instan **** Kadar kafein kopi instan dekafein ***** Kadar Sn kopi instan yang dikemas dalam kaleng			

### 6 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.

Sertifikat Kalibrasi-Neraca 1.pdf

File | E:\LAB%20KIMIA%20TERAPAN\PERKAP%20LAB\KALIBRASI\Sertifikat%20Kalibrasi-Neraca%201.pdf

2 of 3

Page view | Read aloud | Add text | Draw | Highlight | Erase

1. **Pemeriksaan Sebelum Adjustment/ Pre-Adjustment Check**  
 Koreksi pembacaan neraca pada beban 200 g sebelum adjustment adalah 0,27518 g.  
 Neraca telah di adjustment sesuai instruksi dari pabrik pembuat.

2. **Kemampuan Baca Kembali/ Repeatability**

Nilai Nominal (g)	Standar Deviasi Pembacaan (g)	Perbedaan Maksimum antara Pembacaan Berurutan (g)
100	0,000094	0,0003
200	0,000103	0,0003

3. **Koreksi dari Nilai Nominal/ Corrections to Balance Reading**

Nilai Nominal (g)	Koreksi (C) (g)	Ketidakpastian (s) (g)
20	0,00016	0,00009
40	0,00010	0,00010
60	0,00006	0,00010
80	0,00001	0,00011
100	-0,00011	0,00010
120	-0,00019	0,00012
140	-0,00001	0,00012
160	-0,00026	0,00013
180	-0,00005	0,00015
200	-0,00007	0,00013

4. **Pembacaan Relatif Terhadap Titik Tengah/ Effect of Off-Centre Loading**  
 Beban yang digunakan sebesar 100 g.

Tengah (g)	Kanan (g)	Kiri (g)	Depan (g)	Belakang (g)	Perbedaan Maksimum (g)
0,0000	0,0001	0,0001	0,0011	-0,0008	0,0019

5. **Hysteresis**

Beban	Hysteresis
100 g	Tidak Lebih dari 0,0001 g

6. **Batas Unjuk Kerja/ Limit of Performance: 0,00003 g**

Ketidakpastian pengukuran dinyatakan pada tingkat kepercayaan 95% (1,95), dengan faktor cakupan (k) = 2,0.  
 Alat tersebut dikalibrasi dengan standar Anak Timbangan kelas E2.  
 Tertelusur ke SI melalui LK-081-1DN.

Halaman 2 dari 3

Activate Windows  
Go to Settings to activate Windows.

27°C Berawan 9:07 14/09/2022

Kadar	Batas maksimum (%)
100%	98 - 101
10%	95 - 102
1%	92 - 105
0.10%	90 - 108
0.01%	85 - 110
10 ppm	80 - 115
1 ppm	75 - 120
10 ppb	70 - 125

Sumber AOAC, 2002

## 2. Volume Tolerance of Volumetric Ware

**Burettes**  
(Conform to ISO 385)

Volume ml	Graduation ml	Tolerance Class A ml
10	0.02	± 0.02
10	0.05	± 0.03
25	0.05	± 0.03
25	0.10	± 0.05
50	0.10	± 0.05
100	0.20	± 0.10

**Graduated Pipettes**  
(Conform to ISO 835)

Volume ml	Graduation ml	Tolerance Class A ml
0.1	0.01	± 0.006
0.2	0.01	± 0.006
0.5	0.01	± 0.006
1	0.01	± 0.007
2	0.02	± 0.010
5	0.05	± 0.030
10	0.1	± 0.05
20	0.1	± 0.1
25	0.1	± 0.1

**One Mark Pipettes**  
(Conform to ISO 648)

Volume ml	Tolerance Class A ml
0.5	± 0.005
1	± 0.008
2	± 0.01
5	± 0.015
10	± 0.02
20	± 0.03
25	± 0.03
50	± 0.05
100	± 0.08
200	± 0.1

**One Mark Volumetric Flask**  
(Conform to ISO 1042)

Volume ml	Tolerance Class A ml
5	± 0.025
10	± 0.025
20	± 0.040
25	± 0.040
50	± 0.060
100	± 0.100
200	± 0.150
250	± 0.150
500	± 0.250
1,000	± 0.400
2,000	± 0.600

**Graduated Measuring Cylinder**  
(Conform to ISO 4788)

Volume ml	Tolerance Class A ml
5	± 0.05
10	± 0.1
25	± 0.25
50	± 0.5
100	± 0.5
250	± 1
500	± 2.5
1,000	± 5
2,000	± 10

## LAMPIRAN 3. Dokumentasi Pengujian Logam Timbal pada Kopi

### 1. Sampel Uji



## 2. Hasil Destruksi Kering Sampel



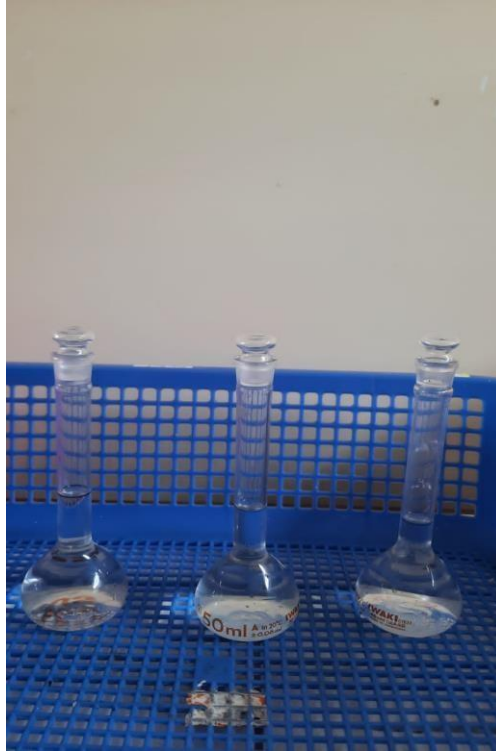
## 3. Penyaringan Sampel Uji Setelah Destruksi Kering



## 4. Pengujian Presisi



## 5. Pengujian Akurasi



## 6. Peralatan Alat Gelas

