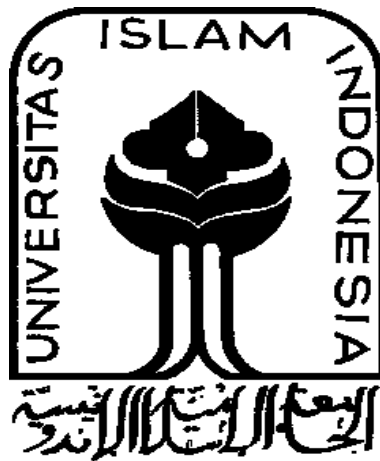


LAPORAN TUGAS AKHIR

**ANALISIS CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) PADA
MINUMAN BERKARBONASI DALAM KEMASAN KALENG
BERDASARKAN PROSES PENYIMPANAN DAN VARIASI
LARUTAN PENDESTRUKSI**

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



Disusun oleh:

Aniska Khairun Nisa

NIM : 21231005

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN IMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**

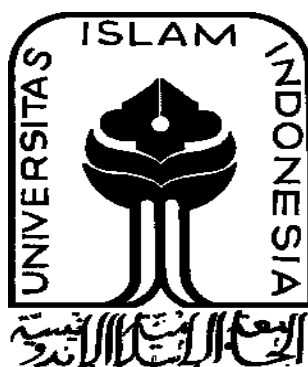
YOGYAKARTA

2024

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ANALISIS CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) PADA
MINUMAN BERKARBONASI DALAM KEMASAN KALENG
BERDASARKAN PROSES PENYIMPANAN DAN VARIASI
LARUTAN PENDESTRUKSI**

*ANALYSIS OF LEAD (Pb) CONTAMINATION IN
CARBONATED BEVERAGES IN CANNED PACKAGING
BASED ON STORAGE PROCESS AND VARIATIONS IN
DESTRUCTING SOLUTIONS*



Disusun oleh:

Aniska Khairun Nisa

NIM : 21231005

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN IMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA**

YOGYAKARTA

2024

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ANALISIS CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) PADA
MINUMAN BERKARBONASI DALAM KEMASAN KALENG
BERDASARKAN PROSES PENYIMPANAN DAN VARIASI
LARUTAN PENDESTRUKSI**

Dipersiapkan dan disusun oleh
Aniska Khairun Nisa

NIM: 21231005

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas
Akhir Program Studi D III Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam
Indonesia pada tanggal 23 Agustus 2024

Menyetujui,

Ketua Program Studi



**Kuntari, S.Si., M.Sc.
NIK. 162310401**

Pembimbing



**Muhaimin, S.Si., M.Sc.
NIK. 156141305**

HALAMAN PENGESAHAN
LAPORAN TUGAS AKHIR

**ANALISIS CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) PADA
MINUMAN BERKARBONASI DALAM KEMASAN KALENG
BERDASARKAN PROSES PENYIMPANAN DAN VARIASI
LARUTAN PENDESTRUKSI**


Dipersiapkan dan disusun oleh:
Aniska Khairun Nisa

NIM: 21231005

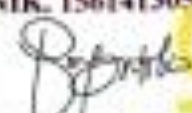
Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 26 Agustus 2024

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji


Muhfimin, S.Si., M.Sc.
NIK. 156141305

Penguji I


Bayu Wiyantoko, M.Sc.
NIK. 132311101

Penguji II


Febi Indah Fajarwati, S.Si., M.Sc.
NIK. 156121311

Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UIH



Prof. Riyanto, Ph.D.
NIK. 006120101



PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi 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.

Yogyakarta, 23 Agustus 2024



Aniska Khairun Nisa

MOTTO

“only you can change your life, nobody else can do it for you”

Orang lain tidak akan paham *struggle* dan masa sulit kita. Jadi berjuanglah untuk diri sendiri kelak diri kita dimasa depan akan sangat bangga dengan yang kita perjuangkan saat ini.

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh

Puji syukur kehadirat Allah SWT atas segala kuasa-Nya. Penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul “Analisis Cemar Logam Timbal (Pb) Pada Minuman Berkarbonasi Dalam Kemasan Kaleng Berdasarkan Proses Penyimpanan Dan Variasi Larutan Pendestruksi” dengan baik dan sistematis. Shalawat serta salam tak lupa dihaturkan kepada Nabi Muhammad SAW, beserta keluarganya dan sahabatnya sehingga kita semua dapat merasakan zaman yang terang benderang.

Laporan Tugas Akhir ini disusun untuk memenuhi syarat memperoleh gelar Ahli Madya D III di Program Studi Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia. Penulis menyadari bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak akan terwujud tanpa adanya dukungan dan do’a orang-orang sekitar. Pada kesempatan ini, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu memberikan semangat dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir ini, oleh sebab itu penulis ingin memberikan terimakasih kepada :

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
2. Kuntari, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik dan Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia Universitas
3. Muhaimin, S.Si., M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Tugas Akhir yang telah meluangkan waktunya
4. Andries Nurcholis dan Endang Sulasih., selaku kedua orang tua saya yang telah memberi dukungan dan motivasi kepada saya

5. Teman-teman Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia Angkatan 2021 yang telah berjuang bersama dan memberi dukungan dan semangat.

Penulis menyadari bahwa laporan ini jauh dari kata sempurna. Oleh karena itu, penulis mengharapkan kritik, saran serta arahan yang dapat membangun demi laporan yang lebih baik kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis maupun semua pihak yang terkait.

Wassalamu 'alaikum Warohmatullahi Wabarakatuh

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
PERNYATAAN.....	iv
MOTTO	v
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
INTISARI.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian.....	4
1.4 Manfaat Penelitian.....	4
BAB II DASAR TEORI	5
2.1 Minuman Ringan.....	5
2.1.1 Bahan Baku Pembuatan Minuman Berkarbonasi	5
2.2 Kemasan Minuman Berkarbonasi	8
2.3 Metode Destruksi Basah Tertutup atau Refluks.....	9
2.4 Analisis Timbal (Pb) Pada Minuman Berkarbonasi dengan Variasi Zat Pengoksidasi	9
2.5 Analisis Logam Timbal (Pb) Secara Spektrofotometri Serapan Atom ..	10
BAB III METODOLOGI.....	14
3.1 Alat	14
3.2 Bahan.....	14
3.3 Prosedur Kerja	14
3.3.1 Pembuatan Larutan Standar $Pb(NO_3)_2$	14

3.3.2	Pembuatan Deret larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$	14
3.3.3	Preparasi Sampel	15
3.3.4	Penentuan Konsentrasi Sampel dengan Variasi Larutan Pendestruksi 15	
3.3.5	Penentuan konsentrasi dalam sampel	15
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		17
4.1.	Preparasi Sampel	17
4.2.	Pembuatan Kurva Standar	18
4.3.	Penentuan Konsentrasi Logam Timbal (Pb) dalam Sampel dengan variasi larutan pendestruksi	19
4.3.1.	Konsentrasi Pb Dalam Sampel Pada Suhu Ruang	21
4.3.2.	Konsentrasi Pb Dalam Sampel Pada Suhu Kulkas	23
BAB V KESIMPULAN		24
5.1	Kesimpulan	24
DAFTAR PUSTAKA		25
LAMPIRAN		26

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Skema Umum Komponen Pada Alat SSA	11
Gambar 2. 2 Kurva Kalibrasi	13
Gambar 4. 1 Grafik Kurva Standar Logam Timbal	18
Gambar 4. 2 Grafik Konsentrasi Pb Dalam Sampel.....	23

DAFTAR TABEL

Tabel 5. 1 pH Sampel Suhu Ruang	28
Tabel 5. 2 pH Sampel Suhu Pendingin	29
Tabel 7. 1 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO ₃ .	32
Tabel 7. 2 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO ₃ +H ₂ SO ₄	33
Tabel 7. 3 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO ₃ +H ₂ SO ₄ +H ₂ O ₂	33
Tabel 7. 4 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO ₃ .	34
Tabel 7. 5 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO ₃ + H ₂ SO ₄	34
Tabel 7. 6 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO ₃ + H ₂ SO ₄ +H ₂ O ₂	34

ANALISIS CEMARAN LOGAM TIMBAL (Pb) PADA MINUMAN BERKARBONASI DALAM KEMASAN KALENG BERDASARKAN PROSES PENYIMPANAN DAN VARIASI LARUTAN PENDESTRUKSI

Aniska Khairun Nisa

Program DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam
Indonesia Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email:21231005@students.uui.ac.id

INTISARI

Setelah dilakukan pengujian penentuan cemaran logam timbal (Pb) pada minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng dipasaran. Penentuan kadar Pb dilakukan dengan metode Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) menggunakan metode destruksi basah tertutup dengan variasi larutan pendestruksi. Sampel diambil dari minimarket dengan tiga sampel berbeda. Hasil pengujian kadar Pb tertinggi terdapat pada variasi larutan $\text{HNO}_3_{\text{p.a}}$, $\text{H}_2\text{SO}_4_{\text{p.a}}$ dan $\text{H}_2\text{O}_2_{\text{p.a}}$ dengan suhu ruang 28°C sampel A didapatkan konsentrasi sebesar 0,0038 mg/L, sampel B sebesar 0,0033 mg/L, sampel C sebesar 0,0032 mg/L. Sedangkan pada suhu pendingin 4°C sampel A didapatkan konsentrasi 0,0033 mg/L, sampel B sebesar 0,0034 mg/L dan sampel C sebesar 0,0039 mg/L. Berdasarkan data yang didapatkan diketahui bahwa sampel A, B dan C memenuhi syarat mutu Badan Standar Nasional (SNI) pada tahun 2015 dengan nomor SNI. 3708 : 2015 menyatakan batas maksimal kandungan logam timbal (Pb) sebesar 0,005 mg/L.

Kata kunci: Timbal, SSA, Destruksi Basah Tertutup, Variasi Larutan Pendestruksi, SNI

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan teknologi dan ilmu pengetahuan sangat mempengaruhi gaya hidup masyarakat terutama pada remaja. Remaja mudah terpengaruhi oleh gaya hidup dan cara berpikirnya. Saat ini mayoritas remaja mengkonsumsi minuman berkarbonasi atau bersoda dibanding dengan air putih, susu ataupun teh. Minuman berkarbonasi adalah minuman yang dibuat dari air minum yang diadsorpsi oleh karbondioksida (Sari,2007). Saat ini minuman berkarbonasi sangat banyak ditawarkan di berbagai pasar dengan merk yang bermacam macam dan harga yang berbeda sesuai bahan baku dan produk yang dibuat.

Kualitas minuman berkarbonasi harus memenuhi standar yang ditentukan oleh Badan Standar Nasional Indonesia (SNI) 3708 : 2015 batas maksimal kandungan logam berat yaitu Pb sebesar 0,005 mg/L, Sn sebesar 40,0 mg/L, Hg sebesar 0,001 mg/kg, Cd sebesar 0,003 mg/kg dan As sebesar 0,01 mg/kg. (SNI, 2015)

Timbal (Pb) yang tercemar kedalam bahan pangan dapat menimbulkan gejala seperti kelelahan, kelesuan, gangguan iritabilitas, gangguan reproduksi, sakit kepala, sulit berkonsentrasi dan sulit tidur (Widowati, dkk., 2008). Kandungan timbal dalam produk minuman berkarbonasi berasal dari proses pembuatan, bahan baku yang digunakan, bahan pengemas minuman dan penyimpanan produk. Bahan kaleng dapat menyerap logam dari wadahnya seperti Timah (Sn), Besi (Fe) dan Timbal (Pb), hal tersebut sering dinamakan korosi (Rosyid, 2013). Logam tersebut mudah bereaksi dengan asam sehingga pada keasaman (pH) tertentu dan lama penyimpanan pula, akan terjadi pencemaran terhadap produk minuman berkarbonasi.

Kaleng sebagai kemasan minuman yang bukan berbahan inert dapat bereaksi dengan isi pada kaleng tersebut dan pelepasan unsur logam terjadi jika kaleng tidak dilapisi dengan baik sehingga terjadi korosi dan isi kaleng berkontak langsung dengan logam. Kontaminasi logam timbal terjadi pada kemasan kaleng untuk menyambung bagian tutup kaleng dan bagian bawah kaleng dengan badan kaleng. Timbal kemungkinan terdistribusi keseluruh bahan kaleng. Mengingat adanya bahaya yang ditimbulkan terhadap kesehatan manusia akibat pencemaran logam berat maka diperlukan pemeriksaan logam Timbal (Pb) pada minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng yang tersebar dipasar secara Spektrofotometri Serapan Atom.

Kandungan logam Timbal (Pb) dapat ditentukan dengan metode SSA (Spektrofotometri Serapan Atom) untuk mengetahui konsentrasi suatu unsur yang didasarkan pada proses penyerapan radiasi sumber oleh atom yang berada tingkat dasar (*Ground state*) (Boybul dan Iis Haryati, 2009). Metode SSA ini digunakan untuk menentukan kadar unsur dengan konsentrasi yang sangat kecil tanpa harus dipisahkan terlebih dahulu serta mempunyai kelebihan yaitu sensitifitas tinggi, sederhana, cepat serta cuplikan yang dibutuhkan sedikit (Supriyanto, 2007). Analisis logam Pb juga perlu dilakukan preparasi dengan cara destruksi.

Destruksi basah digunakan untuk perombakan sampel organik menjadi anorganik dengan asam kuat yaitu HNO_3 p.a, H_2SO_4 p.a, dan H_2O_2 p.a. Larutan HNO_3 digunakan sebagai pengoksidasi utama karena berfungsi sebagai pelarut logam, Larutan H_2SO_4 digunakan sebagai pengoksidasi yang dapat memaksimalkan pemutusan logam timbal (Pb) dari senyawa organik didalam sampel, dan Larutan H_2O_2 digunakan untuk menyempurnakan reaksi sehingga mampu mendekomposisikan sampel dengan baik (Yawar, 2010)

Metode destruksi basah yang disertai dengan pemanasan atau yang biasa disebut refluks, metode destruksi ini menggunakan kondensor serta sistem yang tertutup sehingga uap yang dihasilkan tidak keluar (Muchtadi, 2009). sampel didestruksi menggunakan metode refluks karena dapat meminimalisir hilangnya analit berupa logam yang bersifat volatil sehingga dengan sistem tertutup dapat memaksimalkan proses destruksi sampel (Hidayat, 2015). Pada SNI 3708 : 2015 sampel minuman berkarbonasi didestruksi menggunakan metode destruksi basah dengan pemanasan menggunakan hotplate, sedangkan pada metode yang akan dilakukan saat ini metode destruksi basah tertutup digunakan karena lebih baik digunakan untuk sampel yang mengandung logam yang bersifat volatil.

Penelitian ini akan membandingkan 3 sampel dengan variasi sampel pada penyimpanan suhu ruang dan pendingin serta variasi larutan zat pendestruksi untuk menganalisis logam timbal (Pb) dalam sampel minuman ringan berkarbonasi.

1.2 Rumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Berapa konsentrasi logam Timbal (Pb) dalam sampel minuman berkarbonasi pada kemasan kaleng yang dijual dipasaran?
2. Apakah sampel minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng memenuhi baku mutu SNI 3708:2015 pada parameter logam Timbal (Pb)
3. Manakah variasi larutan zat pendestruksi yang paling baik untuk menganalisis logam Timbal (Pb) dalam sampel minuman berkarbonasi?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan pada penelitian ini adalah :

1. Untuk mengetahui konsentrasi logam Timbal (Pb) dalam sampel minuman berkarbonasi pada kemasan kaleng yang dijual dipasaran.
2. Untuk mengetahui sampel minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng memenuhi baku mutu SNI 3708:2015.
3. Mengetahui variasi larutan pendestruksi yang paling untuk analisis Timbal (Pb) dalam sampel minuman berkarbonasi.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Memberikan tambahan wawasan dan pengetahuan mengenai cemaran logam Timbal (Pb) dalam sampel minuman berkarbonasi pada kemasan kaleng.
2. Memberikan informasi terkait metode destruksi basah tertutup (refluks) dan zat pendestruksi terbaik dalam analisis kadar logam Timbal (Pb) pada sampel minuman berkarbonasi dengan spektrofotometri serapan atom.

BAB II DASAR TEORI

2.1 Minuman Ringan

Minuman ringan adalah produk olahan berbentuk cair yang mengandung bahan tambahan alami atau sintetik dalam kemasan siap konsumsi. Minuman ringan terdapat dua jenis yaitu minuman ringan dengan karbonasi (*Carbonated Soft Drink*) dan minuman ringan tanpa karbonasi (*Non Carbonated Soft Drink*). Minuman karbonasi adalah minuman yang dibuat dengan mengadsorpsi karbondioksida kedalam minuman ringan (Sari,2007).

Minuman berkarbonasi memiliki sifat asam yang menyebabkan putusnya ikatan logam dengan senyawa organik lepasnya logam timbal yang berada pada produk minuman tersebut. Sifat asam berasal dari reaksi H_2O dengan CO_2 menjadi senyawa asam karbonat kemudian memberikan pengaruh terhadap keberadaan logam timbal dalam produk minuman berkarbonasi lebih besar jika dibandingkan dengan minuman biasa.

2.1.1 Bahan Baku Pembuatan Minuman Berkarbonasi

2.1.1.1 Sukrosa

Sukrosa adalah pemanis alami yang mempunyai tingkat kemanisan yang tinggi yang tentunya tidak baik bagi tubuh jika dikonsumsi berlebihan. Sukrosa berasal dari tebu atau bit, sukrosa juga bisa didapatkan dari buah nenas atau wortel. Dengan hidrolisis sukrosa yang terpecah dan menghasilkan glukosa serta fruktosa (Poedjiadi, 2016)

Gula atau sukrosa dalam minuman berkarbonasi mempengaruhi pelepasan gas. Jadi sementara pada air soda, permukaan botol sering menyebabkan letupan karena lepasnya CO_2 dalam gelembung besar, pelepasan gas pada minuman berkarbonasi mengandung gula yang lebih teratur serta gelembungnya lebih

kecil.(Honig, 1963)

2.1.1.2 Air

Air merupakan komponen yang sangat penting dalam industri pangan sebagai bagian dari komposisi produksi. Air pada minuman berkarbonasi perlu diawasi pengendalian mutunya karena kesadahan karbonat yang tinggi dapat menyebabkan minuman menjadi tidak enak dan tawar. Air yang digunakan dipastikan tidak ada mikroba atau organisme yang dapat mengganggu proses produksi bahan karena menyebabkan pengendapan, bau, kekeruhan, lendir dan rasa. (Winarno,1986)

2.1.1.3 Karbondioksida

Badan Pengawas Obat dan Makanan menetapkan karbon dioksida merupakan bahan pengkarbonasi yang diizinkan penggunaannya pada produk pangan untuk membentuk karbonasi pada produk makanan atau minuman. Karbonasi merupakan proses dimasukkannya karbon dioksida kedalam cairan dengan tekanan tinggi sehingga menghasilkan gelembung dalam minuman.

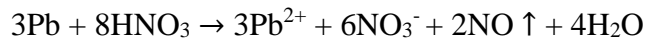
Menurut Ashurt (1998) minuman ringan berkarbonasi dibuat dengan mengabsorpsi karbondioksida ke dalam air minum, kandungan gas CO₂ dalam air berfungsi sebagai anti bakteri yang dapat mengawetkan minuman secara alami.

2.1.14 Konsentrat

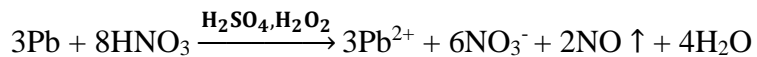
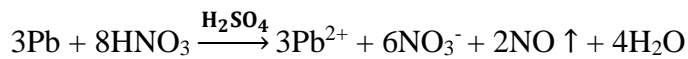
Konsentrat adalah formula untuk produksi CSD atau NCSD yang memberikan rasa, bau dan warna yang khas. Konsentrat biasanya berbentuk cairan pekat dalam botol dan karton yang disimpan dalam cool room suhu 4-10⁰C atau bubuk dalam plastik dan karton yang disimpan dalam ruang sejuk, kering untuk menghindari bahaya dari hal yang merusak, keduanya dikemas dalam wadah anti pecah atau bocor dengan bahan *plastic foodgrade*.

2.1.1.5 Logam Timbal (Pb)

Timbal adalah kelompok logam golongan IV- A yang tahan korosi, mempunyai titik lebur rendah yaitu 327,5°C sebagai penghantar listrik yang baik (Cahyadi,2004). logam timbal cepat larut dalam asam nitrat yang memiliki kepekatan 8 M sehingga membentuk nitrogen oksida (Vogel,1990).



Adanya tambahan asam lainnya seperti H_2SO_4 dan H_2O_2 berfungsi mempercepat reaksi pemutusan unsur timbal dari senyawa organik didalam sampel. Reaksi yang terjadi ketika penambahan H_2SO_4 dan H_2O_2 sebagai berikut :



Dengan asam nitrat terbentuk lapisan pelindung timbal nitrat pada permukaan logam untuk mencegah pelarutan lebih lanjut. Timbal terakumulasi di lingkungan, tidak dapat terurai secara biologis dan toksisitasnya tidak berubah sepanjang waktu. Timbal memiliki sifat toksik jika tertelan atau terhirup manusia karena didalam tubuh akan menyebar mengikuti aliran darah kemudian diserap didalam ginjal dan otak (Cahyadi, 2004). Adanya Pb menjadi sumber kontaminasi dalam produk makanan dan minuman. Gejala akibat terpapar Pb akan berbeda, seperti;

1. Terpapar akut

Timbal di udara yang dihirup menimbulkan gejala kram perut yang diawali dengan sembelit, mual dan muntah. Selain itu akibatnya bisa sakit kepala, nafsu makan berkurang, hingga sulit bicara dan gangguan pertumbuhan otak.

2. Terpapar secara kronis

Tanda awal dari intoksikasi Pb secara kronis berjalan lambat, kelelahan, lesu dan iritabilitas. Gejala lainnya adalah mengganggu sistem reproduksi, sehingga perlu dilakukan

pencegahan dan mengurangi pencemaran Pb. Contohnya yaitu menghindari penggunaan alat makan dan minum yang dapat mengandung Pb.

2.2 Kemasan Minuman Berkarbonasi

Minuman berkarbonasi mayoritas menggunakan kemasan kaleng. Kaleng untuk wadah produk pangan ditentukan oleh kebutuhan akan kekuatan pada wadah dan daya simpan isi kaleng. Pada bagian dalam kaleng harus bersifat tahan korosi. Terjadinya korosi pada kemasan kaleng disebabkan oleh terjadinya kontak langsung antara produk dengan kemasan yaitu Sn dan Fe yang menyebabkan perubahan warna, terjadi *off flavour* serta kehilangan nutrisi. Faktor terjadinya korosi antara lain sifat bahan produk terutama pH sehingga terjadi pembentukan korosi, banyaknya oksigen dalam bahan pangan seperti suhu dan waktu penyimpanan (Syamsir, 2008).

Kaleng sebagai kemasan minuman dari logam jelas bukan bahan yang inert, sehingga dapat bereaksi dengan isi produk dan melepaskan unsur – unsur logam kedalam makanan atau minuman. Pelepasan unsur logam bisa terjadi jika kaleng tidak dilapisi secara baik pada kaleng sert adanya korosi pada kaleng , sehingga isi kaleng berkontak langsung dengan logam. Kontaminasi unsur logam Timbal (Pb) dapat terjadi karena termasuk logam berat yang terkandung dalam kemasan kaleng untuk menyambung bagian tutup kaleng dengan bagian badan kaleng juga menyambung bagian bawah kaleng dengan badan kaleng. Pateri ini menggunakan campuran 90% Timbal (Pb) dan 10 % Timah (Sn). Jika dalam jumlah kecil Timbal (Pb) yang terkandung pada pangan dalam kaleng tidak berbahaya terhadap manusia tetapi jika jumlah Timbal (Pb) dalam keadaan yang melampaui batas maka akan terjadi keracunan baik secara akut maupun kronis (Aziz, 2007)

Selain itu pada bagian sambungan kaleng yang disolder menyebabkan terjadinya kontak antara Sn dengan Pb dalam produk yang memiliki kadar asam yang rendah (pH > 4,6-7) sehingga dapat

terjadi noda hitam pada produk kaleng. Logam Sn dan Fe merupakan logam dasar pembuatan kemasan kaleng. Jika produk pangan dengan kemasan kaleng terkontaminasi logam berat masuk kedalam tubuh manusia sehingga mengakibatkan keracunan. Hal ini dikarenakan logam berat mempunyai kemampuan sebagai *co-factor* enzim sehingga enzim tidak berfungsi dan menghambat reaksi metabolisme.

2.3 Metode Destruksi Basah Tertutup atau Refluks

Destruksi basah merupakan metode pemanasan sampel dengan menggunakan zat pengoksidasi kuat seperti asam tunggal maupun campuran. Sampel dengan zat pengoksidasi kemudian dipanaskan menggunakan suhu yang tinggi pada waktu yang cukup lama, supaya sampel teroksidasi secara sempurna sehingga meninggalkan senyawa organik pada larutan asam (Anderson, 1987).

Analisis Logam Timbal (Pb) menggunakan metode refluks dilakukan dengan menggunakan labu destruksi yang dilengkapi dengan kondensor pendingin dengan aliran air yang menyala, sampel didestruksi dengan larutan zat pengoksidasi kemudian dipanaskan pada suhu 100°C. Kondensor disambungkan dan dialiri air yang mengalir sebagai pendingin sehingga uap yang keluar akan kembali mengembun masuk kedalam labu. Destruksi dilakukan 3 jam lalu didinginkan di suhu ruang dan disaring (Darmono, 1995). Kelebihan metode ini adalah meminimalisir kehilangan analit berupa logam volatil.

2.4 Analisis Timbal (Pb) Pada Minuman Berkarbonasi dengan Variasi Zat Pengoksidasi

Penelitian terhadap kandungan Timbal pada sampel minuman berkarbonasi menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom yang telah dilakukan menggunakan metode destruksi basah dengan pemanasan diatas hotplate suhu 100°C dan penambahan variasi zat pendestruksi seperti HNO₃ p.a; HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a dan HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a dengan volume 30 mL kemudian setelah larutan sudah dingin larutan disaring menggunakan kertas saring whatman 42. yang ditera

menggunakan asam nitrat 0,5 M didapatkan variasi zat pendestruksi terbaik yaitu campuran HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a menghasilkan konsentrasi Pb yang paling tinggi yang terukur oleh SSA . Dengan nilai kadar pada sampel yaitu sebesar 26,8232 mg/Kg nilai tersebut melebihi ambang batas Badan Standar Nasional Indonesia pada tahun 2009 batas maksimal logam timbal sebesar 0,2 mg/Kg. (Amin,2015)

Penelitian yang dilakukan Erawati (2003) tentang pengaruh variasi asam zat pendestruksi terhadap kadar logam berat (Pb, Cu dan Zn). preparasi menggunakan destruksi basah dengan berbagai jenis asam, yaitu HNO_3 p.a, H_2SO_4 p.a, dan aquaregia. Kadar logam tertinggi berturut-turut berasal dari aquaregia, HNO_3 p.a dan H_2SO_4 .

Pada penelitian Hidayat (2016) penggunaan zat pengoksidasi campuran HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a dimana HNO_3 sebagai zat pengoksidasi utama karena dapat melarutkan logam dengan baik sedangkan H_2SO_4 p.a sebagai pengoksidasi yang dapat memaksimalkan pemutusan unsur logam timbal dari senyawa organik didalam sampel. Penggunaan asam kuat lebih dari satu akan meningkatkan kekuatan asam sehingga proses destruksi lebih maksimal. Penggunaan kombinasi asam ini sangat menguntungkan dibandingkan asam tunggal karena menghasilkan kekuatan asam yang baik untuk melarutkan logam dalam sampel organik dan mendegradasi sampel organik.

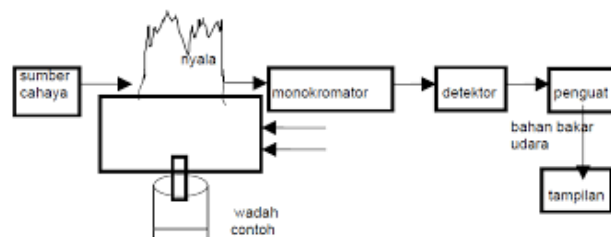
2.5 Analisis Logam Timbal (Pb) Secara Spektrofotometri Serapan Atom

Spektrometri merupakan metode analisis kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan banyaknya radiasi yang dihasilkan atau diserap oleh spesi atom atau molekul analisis. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) merupakan metode analisis unsur secara kuantitatif yang pengukurannya berdasarkan penyerapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu. Prinsip SSA didasarkan dari proses penyerapan

radiasi dari sumber nyala atom yang erada pada tingkat energi dasar menuju ke tigtat energi yang lebih tinggi (Wahidin,2009).

Menurut Darmono (1995) cara kerja spektrofotometri Serapan Atom (SSA) didasarkan oleh penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung diubah menjadi atom bebas. Atom mengapsorbsi radiasi sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda yang mengandung unsur yang ditentukan. Penyerapan radiasi diukur dengan panjang gelombang tertentu sesuai jenis logamnya. SSA mempunyai kelebihan analisis yang sangat peka, teliti, cepat, spesifik dan sensitif untuk menganalisis logam yang membentuk campuran kompleks (Khopkar, 2010).

Alat spektrofotometri serapan atom (SSA) terdiri dari rangkaian dalam diagram skematik berikut :



Gambar 2. 1 Skema Umum Komponen Pada Alat SSA (Anshori,2005)

Komponen alat SSA yaitu :

1. Sumber Sinar

Sumber radiasi SSA adalah *Hallow Cathode Lamp*. Lampu HCL ini memancarkan energi radiasi yang sesuai dengan energi yang diperlukan untuk transisi elektron atom.

2. Sumber Atomisasi

Sumber atomisasi yaitu sistem nyala dan sistem tanpa nyala. Sumber atomisasi instrumen yang sering digunakan adalah nyala dan sampel

diintroduksi dalam bentuk larutan. Jenis nyala yang digunakan adalah udara-asetilen dan nitrous oksida asetilen untuk menentukan analit dengan metode emisi, absorpsi dan fluoresensi.

3. Monokromator

Monokromator adalah alat untuk memisahkan radiasi yang tidak diperlukan oleh spektrum radiasi lain dari *Hallow Cathode Lamp*.

4. Detektor

Detektor adalah alat untuk menetapkan intensitas cahaya yang dihasilkan dari monokromator menjadi energi listrik.

5. Sistem Pengolah

Sistem pengolah berfungsi mengelola kuat arus dari detektor menjadi besaran daya serap atom transmisi yang diubah menjadi data dalam sistem pembacaan.

6. Sistem Pembacaan

Sistem pembacaan adalah menampilkan angka atau gambar yang dapat dibaca.

Kondisi optimum parameter yang harus diperhatikan dalam analisis logam berat adalah panjang gelombang, pembakar, laju alir, laju alir oksida, lebar celah, kuat arus lampu katoda cekung (*Hallow Cathode Lamp*), dan tinggi pembakar burner. Pada kondisi optimum perubahan serapan ini dari perubahan konsentrasi akan menjadi lebih sensitif. (Rohman, 2017). Penentuan kadar logam Timbal (Pb) dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom dapat diukur dengan panjang gelombang maksimal 283,3 nm.

Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi menurut hukum Lambert-Beer menyatakan bahwa

a. Hukum Lambert

sumber monokromatik melewati medium transparan, maka intensitas sinar yang diteruskan akan berkurang karena bertambahnya ketebalan medium yang terabsorpsi.

b. Hukum Beer

Intensitas sinar yang diteruskan akan berkurang secara eksponensial karena bertambahnya konsentrasi spesi yang menyerap sinar. Dari hukum Lambert dan Beer tersebut diperoleh suatu persamaan :

$$A = a \cdot b \cdot c$$

Dimana:

A = absorbansi

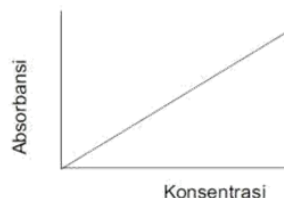
a = absorptivitas molar

b = panjang medium

c = konsentrasi atom-atom yang menyerap sinar

Dapat disimpulkan bahwa absorbansi cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi atom (Day dan Underwood 1989).

Konsentrasi sampel dapat dihitung menggunakan metode kurva standar. Metode ini dilakukan dengan pembuatan larutan standar serta absorbansi yang diukur (SSA), kemudian didapatkan grafik hubungan konsentrasi (C) dengan absorbansi (A) yang merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = b , konsentrasi larutan sampel dapat diukur dan diinterpolasi ke dalam kurva standar lalu dimasukkan dengan persamaan regresi linier pada kurva standar (Syahputra, 2004).



Gambar 2. 2 Kurva Kalibrasi

BAB III METODOLOGI

3.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Spektrofotometer Serapam Atom (SSA) (Thermo Scientific), seperangkat alat refluks (Iwaki), labu alas bulat (Iwaki), termometer (Iwaki), neraca analitik (Ohaus), *heating mantles*, *micropipette* (DLAB) 0,5 mL; 1 mL dan 10 mL, labu ukur (Iwaki) 10 mL; 20 mL; 100 mL; 500 mL dan 1000 mL, spatula, pipet tetes, gelas piala (Iwaki) 100 mL; 250 mL dan 500 mL, pro pipet, pengaduk kaca, kaca arloji, corong, botol sampel gelap.

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu sampel minuman berkarbonasi, aquades, kertas saring, larutan HNO₃ pekat, larutan H₂O₂, larutan H₂SO₄ pekat, larutan baku Pb (NO₃)₂ 1000 ppm.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan Larutan Standar Pb(NO₃)₂

Larutan Pb 1000 mg/L dibuat dengan menimbang Pb(NO₃)₂ sebanyak 1,5985 g. dilarutkan dengan akuades hingga homogen. Larutan dipindahkan ke labu ukur 1000 mL yang telah berisi 10 mL HNO₃ pekat dan ditambahkan akuades sampai tanda batas. Larutan baku timbal (Pb) 1000 mg/L dipipet sebanyak 10 mL kedalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas hingga diperoleh konsentrasi 100 mg/L. Larutan HNO₃ 0,5 M ditambahkan sampai tanda batas.

3.3.2 Pembuatan Deret larutan standar Pb(NO₃)₂

Larutan deret standar Pb dibuat dengan variasi 0 µg/L; 10 µg/L; 20 µg/L; 30 µg/L; 40 µg/L; 50 µg/L; 80 µg/L dan 100 µg/L dibuat

kedalam labu ukur 100 mL lalu diencerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda batas. Selanjutnya dianalisis dengan spektroskopi serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm dan diperoleh data absorbansi masing-masing larutan standar.

3.3.3 Preparasi Sampel

Sampel minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng dituang kedalam gelas beaker 100 mL kemudian didiamkan selama 1 hari dalam beker gelas 100 mL untuk menguapkan CO_2 . Sampel dipipet 50 mL kemudian disaring menggunakan kertas Whatman no. 42. kemudian sampel diasamkan hingga $\text{pH} < 2$ menggunakan HNO_3 pekat. Sampel yang telah dipreparasi dimasukkan kedalam botol sampel gelap

3.3.4 Penentuan Konsentrasi Sampel dengan Variasi Larutan Pendestruksi

Larutan sampel masing-masing dipipet 1 mL kedalam labu alas bulat dan ditambahkan 15 mL larutan pengoksidasi kemudian direfluks. Dipanaskan dengan suhu 100°C selama 3 jam sampai larutan jernih. Setelah refluks selesai, sampel didinginkan pada suhu ruang. Kemudian larutan disaring dengan kertas whatman no. 42, dan larutan di masukkan kedalam labu ukur 10 mL. Larutan di encerkan dengan HNO_3 0,5 M sampai tanda tera. Konsentrasi Pb dapat ditentukan menggunakan spektrometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm. Perlakuan dilakukan 3 kali dengan variasi larutan pendestruksi HNO_3 p.a, HNO_3 P.A + H_2SO_4 p.a (3:1) dan HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1).

Perbedaan larutan pendestruksi dilakukan 3 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang di dapat di interpolisasikan kedalam kurva standar sumbu x dan y.

3.3.5 Penentuan konsentrasi dalam sampel

Dari hasil kurva standar antara konsentrasi (C) dengan absorbansi

(A) nilai yang di ketahui adalah nilai slope dan intersep. Konsentrasi sampel diketahui dengan memasukkan persamaan regresi linier dengan menggunakan hukum lambert beer yaitu :

$$y = bx + a$$

Keterangan :

y = Absorbansi

b = Slope

x = Konsentrasi

a = Intersep

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis cemaran logam timbal (Pb) dalam minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng ini menggunakan destruksi basah tertutup yang disertai dengan pemanasan yang bertujuan mengoksidasi sampel dengan baik sehingga meninggalkan berbagai senyawa pada larutan asam dalam bentuk senyawa organik dan meminimalisis kehilangan analit yang bersifat volatil dengan refluks tertutup. Sampel dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom karena dapat mendeteksi sampel dengan konsentrasi kecil. dilakukan dalam beberapa tahap yaitu pembuatan deret standar, preparasi sampel, penentuan konsentrasi logam timbal (Pb) dalam sampel dan analisis data.

4.1.Preparasi Sampel

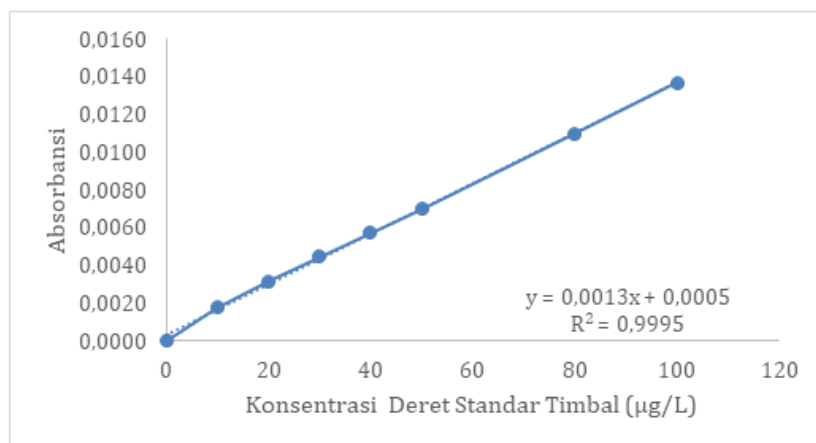
Produk yang digunakan adalah minuman ringan berkarbonasi dalam kemasan kaleng, dimana sampel dipilih karena produk tersebut sering dikonsumsi oleh masyarakat. Sampel ini diambil di minimarket yang ada di sekitas Universitas Islam Indonesia dengan variasi merek yang berbeda unuk dianalisis kadar timbal (Pb) dalam minuman berkaronasi dalam kemasan kaleng.

Sampel terdiri dari 3 merek minuman ringan berkarbonasi dalam kemasan kaleng. Dari ketiga sampel dilakukan preparasi dengan mendiamkan sampel selama 24 jam agar CO₂ menguap. Setelah CO₂ menguap larutan sampel disaring untuk menghilangkan partikel pengotor yang berukuran besar. Pengukuran konsentrasi logam berat Timbal (Pb) dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom sampel minuman berkabonasi perlu diturunkan pHnya sampai < 2 dengan HNO₃ pekat karena menghindari pengendapan, menjaga logam dalam bentuk ion yang larut sehingga dapat dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom yang memerlukan larutan homogen, menghindari gangguan atau

reaksi yang tidak diinginkan antara logam Pb dan komponen lain dalam sampel.

4.2.Pembuatan Kurva Standar

Kurva standar di gunakan untuk menganalisis logam yang terkandung dalam sampel dengan konsentrasi kecil. Diawali dengan membuat larutan standar Pb dari larutan $Pb(NO_3)_2$ dengan mengencerkan larutan standar 100 mg/L menjadi 0 $\mu\text{g/L}$; 20 $\mu\text{g/L}$; 30 $\mu\text{g/L}$; 40 $\mu\text{g/L}$; 50 $\mu\text{g/L}$; 80 $\mu\text{g/L}$ dan 100 $\mu\text{g/L}$. pengenceran dilakukan dengan $HNO_{3p.a}$ 0,5 M karena matriks pada larutan standar dengan alat nyala spektroskopi serapan atom. Absorbansi menunjukkan sampel menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum. Berdasarkan regresi linier $y=bx+a$, penarikan garis lurus dapat dilihat. Hubungan linier antara x dan y dari nilai koefisien determinasi (r^2) > 0,995. jika nilai mendekati 1 artinya variabel independen memberikan hampir semua informasi yang dibutuhkan untuk memprediksi variabel dependen. Jika semakin kecil artinya kemampuan variabel independen dalam menjelaskan variabel dependen cukup terbatas. Kurva kalibrasi larutan standar logam timbal (Pb) dapat dilihat pada Gambar 4.1



Gambar 4. 1Grafik Kurva Standar Logam Timbal

Dari Gambar 4.1 diatas menggambarkan semakin tinggi konsentrasi, absorbansi akan semakin naik. Dari persamaan garis kurva standar timbal $y = 0,0013x + 0,0005$ dengan $r^2 = 0,9995$. Dari persamaan tersebut, nilai koefisien determinasi adalah 1 dimana nilai tersebut dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena adanya hubungan linear antara konsentrasi dengan absorbansi. Uji linearitas dilakukan dengan menghitung faktor-faktor linear dari data kurva standar membuktikan hubungan linier konsentrasi analit yang sebenarnya dengan respon alat. Sensitivitas yang di peroleh dari kurva standar Pb ditunjukkan dari nilai slope sebesar 0,0013 yang memperlihatkan tiap perubahan konsentrasi (sumbu x) memberikan perubahan nilai absorbansi (sumbu y) sebesar 0,0005.

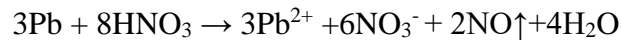
4.3. Penentuan Konsentrasi Logam Timbal (Pb) dalam Sampel dengan variasi larutan pendestruksi

Analisis dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom akan berhasil apabila penggunaan metode destruksi tepat. Metode destruksi yang terbaik adalah metode destruksi basah tertutup dibandingkan terbuka dan kering. Pada analisis kadar logam dalam sampel, komponen yang tidak di inginkan dapat mengganggu hasil seperti kenaikan atau penurunan konsentrasi analit. Karena itu di lakukan pengenceran sampel untuk menurunkan konsentrasi senyawa yang dapat mengganggu proses analisis.

Bahan organik dalam sampel di destruksi untuk memutus ikatan senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Pada proses destruksi diperlukan zat pengoksidasi yang dapat membantu, diantaranya yaitu HNO₃ pekat, H₂SO₄ pekat, dan H₂O₂ pekat. Dengan variasi

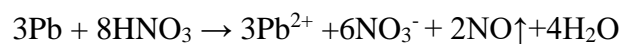
- a. HNO₃ 65% p.a + H₂O₂ p.a (3:1) = 12 mL : 3 mL
- b. HNO₃ + H₂SO₄ (3:1) = 12 mL : 3 mL
- c. HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a (6:2:1) = 10 mL : 3 mL : 2 mL

Zat pengoksidasi HNO_3 digunakan sebagai oksidator utama karena timbal mudah larut dalam HNO_3 . reaksi yang terjadi adalah berikut ini:

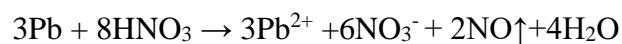


Pada saat HNO_3 ditambahkan pada sampel, warnanya menjadi pudar yang menunjukkan jika proses destruksi berlangsung. Penambahan H_2SO_4 sebagai katalis untuk mempercepat reaksi pemutusan ikatan antara logam timbal dengan senyawa organik dalam sampel. Sehingga variasi HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a digunakan sebagai penentuan uji kadar logam Pb pada sampel minuman berkarbonasi. Penambahan zat pengoksidasi H_2O_2 sebagai zat oksidator. Penambahan zat pengoksidasi dengan variasi yang berbeda memiliki tujuan mengetahui zat pengoksidasi terbaik pada sampel minuman berkarbonasi dengan menggunakan merk yang berbeda sehingga kadar logam yang diperoleh dapat maksimal. Reaksi yang terjadi sebagai berikut:

- a. Reaksi untuk penambahan larutan pendestruksi H_2SO_4 dengan perbandingan $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ (3:1)

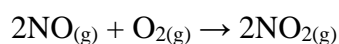


- b. Reaksi untuk penambahan larutan pendestruksi H_2O_2 dengan perbandingan HNO_3 p.a + H_2SO_4 p.a + H_2O_2 p.a (6:2:1)



Setelah penambahan zat pendestruksi dilakukan pemanasan untuk menyempurnakan proses pendestruksian dengan refluks pada suhu 80°C selama 3 jam. Penggunaan suhu 80°C untuk mencegah penguapan yang berlebihan saat destruksi karena dalam keadaan tertutup memiliki tekanan

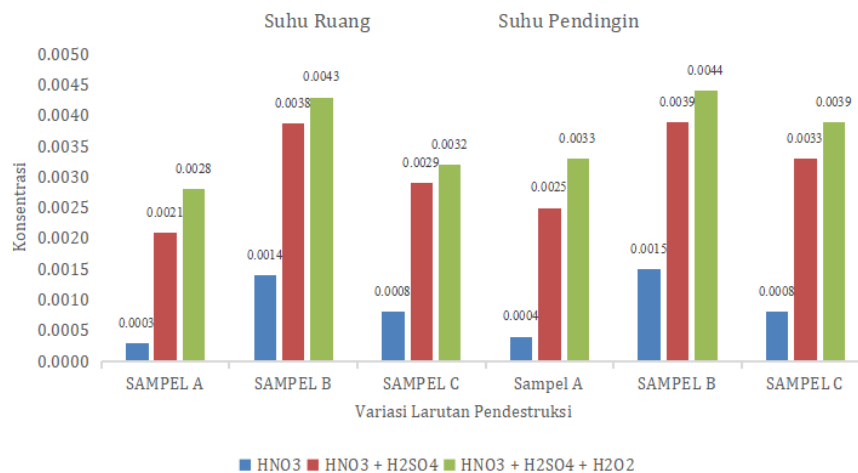
dibanding diluar labu. Didalam labu memiliki tekanan yang terdapat uap yang membuat daerah tersebut memiliki suhu tinggi. Jika memakai 100°C maka volatilitasnya akan meningkat dan zat oksidasi akan keluar lebih banyak. Dalam keadaan panas asam nitrat akan mengoksidasi logam timbal sehingga logam dapat larut sempurna. Penguraian bahan organik oleh asam nitrat menghambat CO₂ dan NO₂ yang ditandai gas berwarna coklat kehitaman selama pemanasan. Reaksi pembentukan gas NO₂ dari oksigen sebagai berikut :



Pembentukan gas NO₂ mengindikasikan terjadinya reaksi redoks. Pemakaian kombinasi asam lebih menguntungkan dibanding asam tunggal karena kekuatan asam lebih baik hingga memudahkan pelarutan logam yang terdapat dalam sampel organik.

Dari hasil destruksi warna kuning bening dengan volume yang sama dari volume awal disebabkan sistem yang tertutup selama destruksi, volume yang tidak berkurang menandakan bahwa komponen dalam larutan tidak ada yang menghilang. Larutan hasil destruksi disaring dengan kertas saring untuk meminimalisir residu yang terdapat dilarutan. Lalu diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas. Pengenceran dengan HNO₃ 0,5 M dikarenakan kondisi ideal untuk menganalisis menggunakan SSA yaitu sampel berada dalam matriks yang identik dengan larutan standar (Rohman, 2007). kemudian dilakukan penentuan konsentrasi timbal (Pb) dalam sampel A, B dan C menggunakan variasi zat pengoksidasi menggunakan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang maksimal. Di dapatkan konsentrasi Timbal dalam sampel sebagai berikut:

4.3.1. Konsentrasi Pb Dalam Sampel



Gambar 4. 2 Grafik Konsentrasi Pb Dalam Sampel

Dari hasil destruksi yang di analisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom menggunakan penambahan larutan pengoksidasi HNO₃ p.a , H₂SO₄ p.a dan H₂O₂ p.a sebagai zat oksidator untuk menentukan kadar logam Pb pada sampel ini memberikan hasil larutan pendestruksi yang terbaik untuk digunakan adalah HNO₃+H₂SO₄+H₂O₂ jika di bandingkan kedua variasi jenis larutan pendestruksi lainnya. Karena memiliki nilai absorbansi dan konsentrasi yang lebih tinggi sehingga dapat dikatakan lebih sensitif terhadap logam timbal dalam sampel minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng.

Penentuan konsentrasi logam timbal dalam minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng ini sangat penting dilakukan karena selain minuman ini sering dikonsumsi oleh banyak orang, juga di gunakan sebagai acuan jika sampel yang di analisis pada penelitian ini sesuai dengan Badan Standar Nasional Indonesia (SNI) 3708 pada tahun 2015 bahwa syarat mutu minuman berkarbonasi atau air soda adalah maks. 0,005 mg/L.

Konsentrasi logam timbal pada penelitian ini dihitung pada kondisi sampel yang masih fresh sehingga data yang didapatkan

maksimal. Dengan menggunakan variasi larutan pendestruksi campuran yaitu HNO_3 p.a, H_2SO_4 p.a dan H_2O_2 p.a dengan perbandingan (6:2:1).

Analisis logam timbal (Pb) dalam seluruh sampel A, B dan C menunjukkan hasil serapan yang memenuhi syarat mutu yang ditetapkan oleh Badan Standar Nasional Indonesia (SNI) 3708 : 2015. Pada suhu ruang 28°C sampel A didapatkan konsentrasi sebesar 0,0028 mg/L, sampel B didapatkan konsentrasi sebesar 0,0043 mg/L, sampel C didapatkan konsentrasi sebesar 0,0032 mg/L. Sedangkan pada suhu kulkas 4°C sampel A didapatkan konsentrasi 0,0033 mg/L, sampel B didapatkan konsentrasi sebesar 0,0044 mg/L dan sampel C sebesar 0,0039 mg/L. Konsentrasi tersebut lebih kecil dari syarat mutu 0,005 mg/L.

Pb atau Timbal adalah logam berat yang bisa menjadi kontaminan dalam berbagai produk, termasuk minuman kaleng berkarbonasi. Timbal digunakan dalam bahan baku pembuatan kaleng, ada kemungkinan bahwa timbal dapat larut kedalam minuman. Meskipun produsen mematuhi standar keamanan. Dalam beberapa kasus jika ada cacat pada pelapisan kaleng, kontaminasi dapat terjadi. Selain itu peningkatan suhu dapat meningkatkan laju reaksi kimia dan pelarutan zat terlarut terutama pada minuman berkarbonasi karena memiliki pH yang relatif rendah (asam) yang menyebabkan korosi pada kaleng yang berlapis timbal sehingga proses ini dapat melepaskan timbal kedalam minuman. Untuk menjaga kualitas dan keamanan minuman, penting untuk menyimpan minuman dalam kemasan kaleng ditempat sejuk dan tidak terkena panas langsung untuk meminimalkan risiko kontaminasi kimia yang disebabkan oleh suhu yang tinggi.

BAB V

KESIMPULAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian analisis logam timbal (Pb) pada minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng berdasarkan proses penyimpanan dan variasi larutan pendestruksi yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Konsentrasi logam timbal (Pb) pada sampel minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng didapatkan pada suhu ruang 28°C sampel A didapatkan konsentrasi sebesar 0,0028 mg/L, sampel B sebesar 0,0043 mg/L, sampel C sebesar 0,0032 mg/L. Sedangkan pada suhu kulkas 4°C sampel A didapatkan konsentrasi 0,0033 mg/L, sampel B sebesar 0,0044 mg/L dan sampel C sebesar 0,0039 mg/L.
2. Berdasarkan data yang didapatkan diketahui bahwa sampel A, B dan C memenuhi syarat mutu yang ditentukan oleh Badan Standar Nasional (SNI) pada 2015 dengan nomor SNI.3708 : 2015 menyatakan bahwa batas maksimal kandungan logam timbal sebesar 0,005 mg/L.
3. Penambahan zat pengoksidasi HNO_3 p.a , H_2SO_4 p.a dan H_2O_2 p.a merupakan larutan pendestruksi terbaik karena memberikan hasil larutan pendestruksi yang terbaik untuk digunakan adalah $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{SO}_4+\text{H}_2\text{O}_2$ jika di bandingkan dengan kedua variasi jenis larutan pendestruksi lainnya. Karena memiliki nilai absorbansi dan konsentrasi yang lebih tinggi sehingga dapat dikatakan lebih sensitif terhadap logam timbal dalam sampel minuman berkarbonasi dalam kemasan kaleng ini.

5.2 Saran

Untuk penelitian selanjutnya dapat disarankan sebagai berikut:

1. Melakukan validasi metode presisi, akurasi dan estimasi ketidakpastian
2. Menggunakan uji anova one way untuk menentukan larutan pendestruksi terbaik.

DAFTAR PUSTAKA

- Amin, Muhammad. (2015). Penentuan Kadar Logam Dalam Minuman Berkarbonasi Dengan SSA. Skripsi Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Aziz, V. (2007). Analisis Kandungan SN, Zn dan Pb dalam Susu Kental Manis Kemasan Kaleng dengan SSA. Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Islam Indonesia. Yogyakarta.
- Badan Standarisasi Nasional Indonesia. 2015. No. 3708 Tentang Air Soda
- Boybul dan Iis, Haryati. (2009). Analisis Unsur Pengotor Fe, Cr, dan Ni dalam Larutan Uranil Nitrat Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Prosiding Seminar Nasional III SDM Teknologi Nuklir. Yogyakarta. ISSN 1978-0176.
- Cahyadi, W. (2004). Bahaya Pencemaran Timbal Pada Makanan dan Minuman. Fakultas Teknik UNPAS Departemen Farmasi Pascasarjana. Bandung.
- Erawati. (2003). Pengaruh Variasi Asam Pendestruksi Terhadap Kadar Logam Berat (Timbal, Zink, Tembaga) Dalam Gapek. Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Negeri Yogyakarta. Yogyakarta
- Gandjar, I., G. dan Rohman, A., 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Hidayat, Y.S. (2012) Penentuan Kadar Timbal (Pb) Pada Cokelat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom. Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.
- Halimatussa'diyah, Nahdya. (2021). Pengaruh Variasi Larutan Pendestruksi, waktu, Suhu, dan Ukuran Terhadap Penentuan Kadar Logam Berat Kadmium (Cd) Pada Kerang Hijau Menggunakan Metode *Microwave Digestion* dengan SSA. Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim. Malang.
- Khopkar, S.M. (2010) Konsep Dasar Kimia Analitik. Universitas Islam Indonesia: Jakarta.
- Muchtadi. (2009). Destruksi Basah dan Destruksi Kering. Makassar : UNHAS Press
- Poedjiadi, A (2010). Dasar-Dasar Biokimia, Jakarta: UI Press
- Rosyid, R. (2013). Analisis Kandungan Kadmium (Cd) Seng (Sn) dan Timbal (Pb) pada Susu Kental Manis Kemasan Kaleng Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Farmasi Higea
- Sari, D.F., (2017). Evaluasi Bahan Minuman Karbonasi, Ahli Madya Surakarta: Universitas Sebelas Maret.
- Supriyanto, Samin dan KamalZ. (2007) Analisis Cemar Logam Berat Pb, Cu, dan Cd Pada Ikan Air Tawar dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. Prosiding Seminar Nasional III SDM Teknologi Nuklir. Yogyakarta. ISSN 1978-0176
- Yawar, W., K. Naeem, I. rehana. (2010) *Assesment of Three Digestion Procedures for Zn Contents In Pakistan Soil By Flame Atomic Absorption Spectrophotometry. Journal Of Saudi Chemical Society*, 14:125-129

LAMPIRAN

1. Pembuatan Larutan HNO₃ 0,5 M

$$M \text{ HNO}_3 = \frac{\% \times 10 \times \rho}{Mr}$$
$$M \text{ HNO}_3 = \frac{65 \% \times 10 \times 1,4 \text{ g/L}}{63 \text{ g/mol}}$$
$$= 14,4 \text{ M}$$
$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$14,4 \text{ M} \times V_1 = 0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}$$
$$V_1 = \frac{0,5 \text{ M} \times 500 \text{ mL}}{14,4 \text{ M}}$$
$$V_1 = 17,4 \text{ mL}$$

2. Pembuatan Larutan Pb(NO₃)₂ 1000 mg/L

$$Mr \text{ Pb(NO}_3)_2 = 331,2 \text{ g/mol}$$
$$Ar \text{ Pb} = 207,19 \text{ g/mol}$$
$$= \frac{Mr \text{ Pb(NO}_3)_2}{Ar \text{ Pb}} \times 1000 \text{ mg}$$
$$= \frac{331,29 \text{ g/mol}}{207,19 \text{ mol}} \times 1000 \text{ mg}$$
$$= 1598,97 \text{ mg}$$
$$= 1,59897 \text{ g}$$

3. Pembuatan Larutan Pb(NO₃)₂ 100 mg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$100 \text{ mg/L} \times V_1 = 1000 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$
$$V_1 = \frac{1000 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}}{100 \text{ mg/L}}$$
$$V_1 = 10 \text{ mL}$$

4. Pembuatan Deret Standar Pb(NO₃)₂

4.1. Pembuatan Larutan Standar 10 µg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$0,01 \text{ mg/L} \times V_1 = 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$
$$V_1 = \frac{100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}}{0,01 \text{ mg/L}}$$
$$V_1 = 0,01 \text{ mL}$$

4.2. Pembuatan Larutan Standar 20 µg/L

$$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$
$$0,02 \text{ mg/L} \times V_1 = 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}$$
$$V_1 = \frac{100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}}{0,02 \text{ mg/L}}$$
$$V_1 = 0,02 \text{ mL}$$

4.3. Pembuatan Larutan Standar 30 µg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,03 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= \frac{100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}}{0,03 \text{ mg/L}} \\V_1 &= 0,03 \text{ mL}\end{aligned}$$

4.4. Pembuatan Larutan Standar 40 µg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,04 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= \frac{100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}}{0,04 \text{ mg/L}} \\V_1 &= 0,04 \text{ mL}\end{aligned}$$

4.5. Pembuatan Larutan Standar 50 µg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,05 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= \frac{100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}}{0,05 \text{ mg/L}} \\V_1 &= 0,05 \text{ mL}\end{aligned}$$

4.6. Pembuatan Larutan Standar 80 µg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,08 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= \frac{100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}}{0,08 \text{ mg/L}} \\V_1 &= 0,08 \text{ mL}\end{aligned}$$

4.7. Pembuatan Larutan Standar 100 µg/L

$$\begin{aligned}M_1 \times V_1 &= M_2 \times V_2 \\0,1 \text{ mg/L} \times V_1 &= 100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL} \\V_1 &= \frac{100 \text{ mg/L} \times 100 \text{ mL}}{0,1 \text{ mg/L}} \\V_1 &= 0,1 \text{ mL}\end{aligned}$$

5. pH Sampel Minuman Berkarbonasi Saat Preparasi Sampel

5.1 Sampel dalam suhu ruang

Tabel 5. 1 pH Sampel Suhu Ruang

Sampel	Ph Sebelum Diasamkan	Ph Setelah Diasamkan
Sampel A	3,44	1,98
Sampel B	4,74	1,95
Sampel C	3,3	1,99

5.2 Sampel dalam suhu pendingin

Tabel 5. 2 pH Sampel Suhu Pendingin

Sampel	Ph Sebelum Diasamkan	Ph Setelah Diasamkan
Sampel A	3,48	1,99
Sampel B	4,76	1,97
Sampel C	3,32	1,99

6. Konsentrasi Timbal (Pb) Dalam Sampel Minuman Berkarbonasi

Perhitungan Konsentrasi Timbal (Pb) pada Sampel Minuman Berkarbonasi Dalam Suhu Ruang

Diketahui : $y = bx + a$

$$y = 0,0013x + 0,0005$$

6.1.1 Sampel A

Variasi Larutan Pendestruksi HNO₃

$$Y = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0009 = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0009 - 0,0005 = 0,0013x$$

$$0,0004 = 0,0013x$$

$$X = 0,2821 \mu\text{g/L}$$

$$X = 0,000028 \text{ mg/L}$$

Variasi Larutan Pendestruksi HNO₃ + H₂SO₄

$$Y = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0032 = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0032 - 0,0005 = 0,0013x$$

$$0,0027 = 0,0013x$$

$$X = 2,0513 \mu\text{g/L}$$

$$X = 0,0021 \text{ mg/L}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$

$$Y = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0041 = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0041 - 0,0005 = 0,0013x$$

$$0,0036 = 0,0013x$$

$$X = 2,7692 \mu\text{g/L}$$

$$X = 0,0028 \text{ mg/L}$$

6.1.2 Sampel B

Variasi Larutan Pendestruksi HNO_3

$$Y = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0023 = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0023 - 0,0005 = 0,0013x$$

$$0,0018 = 0,0013x$$

$$X = 1,4103 \mu\text{g/L}$$

$$X = 0,00014 \text{ mg/L}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$

$$Y = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0054 = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0054 - 0,0005 = 0,0013x \quad 0,0049$$

$$= 0,0013x$$

$$X = 3,7949 \mu\text{g/L}$$

$$X = 0,0038 \text{ mg/L}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$

$$Y = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0060 = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0060 - 0,0005 = 0,0013x$$

$$0,0055 = 0,0013x$$

$$X = 4,2564 \mu\text{g/L}$$

$$X = 0,0043 \text{ mg/L}$$

6.1.3 Sampel C

Variasi Larutan Pendestruksi HNO_3

$$Y = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0015 = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0015 - 0,0005 = 0,0013x$$

$$0,0010 = 0,0013x$$

$$X = 0,7692 \mu\text{g/L}$$

$$X = 0,00077 \text{ mg/L}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$

$$Y = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0043 = 0,0013x + 0,0005$$

$$0,0043 - 0,0005 = 0,0013x$$

$$0,0038 = 0,0013x$$

$$X = 2,9487 \mu\text{g/L}$$

$$X = 0,0029 \text{ mg/L}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0047 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0047 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0042 &= 0,0013x \\ X &= 3,2308 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0032 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Perhitungan Konsentrasi Timbal (Pb) pada Sampel Minuman Berkarbonasi Dalam Suhu Pendingin

6.2.1 Sampel A

Variasi Larutan Pendestruksi HNO_3

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0010 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0010 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0005 &= 0,0013x \\ X &= 0,3846 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0004 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0037 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0037 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0032 &= 0,0013x \\ X &= 2,4615 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0025 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0048 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0048 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0043 &= 0,0013x \\ X &= 3,3077 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0033 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

6.2.2 Sampel B

Variasi Larutan Pendestruksi HNO_3

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0024 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0024 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0019 &= 0,0013x \\ X &= 1,4874 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0015 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0056 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0056 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0051 &= 0,0013x \\ X &= 3,8974 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0039 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0062 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0062 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0057 &= 0,0013x \\ X &= 4,3846 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0044 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

6.3.3 Sampel C

Variasi Larutan Pendestruksi HNO_3

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0015 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0015 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0015 &= 0,0013x \\ X &= 0,7949 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0008 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0048 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0048 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0043 &= 0,0013x \\ X &= 3,3077 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0033 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Variasi Larutan Pendestruksi $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$

$$\begin{aligned} Y &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0056 &= 0,0013x + 0,0005 \\ 0,0056 - 0,0005 &= 0,0013x \\ 0,0051 &= 0,0013x \\ X &= 3,9487 \mu\text{g/L} \\ X &= 0,0039 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

7. Konsentrasi Pb Dalam Sampel

7.1 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Pada Suhu Ruang

Tabel 7. 2 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO₃

Pengulangan sampel	Larutan Pendestruksi						Batas SNI
	HNO ₃			Rata-Rata	Konsentrasi (µg/L)	Konsentrasi (mg/L)	
	a1	a2	a3				
Sampel A	0,0008	0,0010	0,0008	0,0009	0,2821	0,0003	0.005 mg/L
Sampel B	0,0026	0,0020	0,0024	0,0023	0,4103	0,0014	0.005 mg/L
Sampel C	0,0013	0,0014	0,0018	0,0015	0,7692	0,0008	0.005 mg/L

Tabel 7. 3 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO₃+H₂SO₄

Pengulangan sampel	Larutan Pendestruksi						Batas SNI
	HNO ₃ + H ₂ SO ₄			Rata-Rata	Konsentrasi (µg/L)	Konsentrasi (mg/L)	
	a1	a2	a3				
Sampel A	0,0030	0,0036	0,0029	0,0032	2,0513	0,0021	0.005 mg/L
Sampel B	0,0055	0,0052	0,0056	0,0054	3,7949	0,0038	0.005 mg/L
Sampel C	0,0043	0,0044	0,0043	0,0043	2,9487	0,0029	0.005 mg/L

Tabel 7. 4 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO₃+H₂SO₄+H₂O₂

Pengulangan sampel	Larutan Pendestruksi						
	HNO ₃ +H ₂ SO ₄ +H ₂ O ₂			Rata-Rata	Konsentrasi (µg/L)	Konsentrasi (mg/L)	Batas SNI
	a1	a2	a3				
Sampel A	0,0041	0,0042	0,0040	0,0041	2,7692	0,0028	0.005 mg/L
Sampel B	0,0059	0,0060	0,0062	0,0060	4,2564	0,0043	0.005 mg/L
Sampel C	0,0049	0,0046	0,0046	0,0047	3,2308	0,0032	0.005 mg/L

7.2 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Pada Suhu Pendingin

Tabel 7. 5 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO₃

Pengulangan sampel	Larutan Pendestruksi						
	HNO ₃			Rata-Rata	Konsentrasi (µg/L)	Konsentrasi (mg/L)	Batas SNI
	a1	a2	a3				
Sampel A	0,0009	0,0013	0,0008	0,0010	0,3846	0,0004	0.005 mg/L
Sampel B	0,0022	0,0023	0,0028	0,0024	1,4872	0,0015	0.005 mg/L
Sampel C	0,0014	0,0018	0,0014	0,0015	0,7949	0,0008	0.005 mg/L

Tabel 7. 6 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan pendestruksi HNO₃+ H₂SO₄

Pengulangan sampel	Larutan Pendestruksi						
	HNO ₃ + H ₂ SO ₄			Rata-Rata	Konsentrasi (µg/L)	Konsentrasi (mg/L)	Batas SNI
	a1	a2	a3				
Sampel A	0,0041	0,0036	0,0034	0,0037	2,4615	0,0025	0.005 mg/L
Sampel B	0,0057	0,0056	0,0054	0,0056	3,8974	0,0039	0.005 mg/L
Sampel C	0,0046	0,0047	0,0051	0,0048	3,3077	0,0033	0.005 mg/L

**Tabel 7. 7 Konsentrasi Pb Dalam Sampel Dengan Larutan
pendestruksi HNO₃+ H₂SO₄+H₂O₂**

Pengulangan sampel	Larutan Pendestruksi				Konsentrasi (µg/L)	Konsentrasi (mg/L)	Batas SNI
	HNO ₃ +H ₂ SO ₄ +H ₂ O ₂			Rata- Rata			
	a1	a2	a3				
Sampel A	0,0047	0,0047	0,0050	0,0048	3,3077	0,0033	0.005 mg/L
Sampel B	0,0062	0,0061	0,0063	0,0062	4,3846	0,0044	0.005 mg/L
Sampel C	0,0055	0,0057	0,0057	0,0056	3,9487	0,0039	0.005 mg/L