

OPTIMASI METODE PENENTUAN KADAR LOGAM TEMBAGA DAN TIMBAL DALAM GULA PASIR SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM DENGAN DESTRUKSI *MICROWAVE DIGESTION*

Diana Candra Dewi, Begum Fauziyah, Arief Suryadinata,
Dewi Annisa, dan Nurul Afifah.

Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang

ABSTRACT

Copper (Cu) and Lead (Pb) were one of the trace element found in sugar that comes from the manufacturing process such as corrosion processes in the circuit of the equipment. This study aims to find the optimum temperature and time of microwave digest, to find the analytical performance of the standard curve and standard addition curve and test compatibility the results.

This research include determining optimum temperature and time of microwave destruction for sugar with temperature variation of 160, 180, 200 °C, time variation 10, 15, 20 and 30 minutes and storage time 1 until 5 days. Analytical performance of the standard curve of Cu and Pb includes linearity, LOD, LOQ, sensitivity, accuracy, precision, continued by determination of the analytical performance using the standard addition curve with optimum temperature and time.

The study obtained that the optimum temperature and time of microwave digest for Cu analysis is 200 °C and 15 minutes with maximum storage time 3 days, while optimum temperature and time of microwave digest for Pb analysis 180 °C and 10 minutes with maximum storage time only one day. Analytical performance of the standard curve of Cu includes $r^2 = 0.9993$; LOD 0.0011 ppm; LOQ 0.0036 ppm; sensitivity 0.2; average accuracy of 99,96 %, and precision of 9.46%. Analytical performance of the standard addition curve for copper (Cu) includes $r^2 = 0.9999$; LOD 0.0012 ppm; LOQ 0.004 ppm; sensitivity of 0.1729, an average accuracy of 100,07 and precision of 5.38%. Analytical performance of the standard curve of Pb includes $r^2 = 0.9999$, LOD 0.0019 ppm, LOQ 0.0066 ppm, the sensitivity of 0.1069, the average accuracy of 99.56%, 2.32% and the precision of the analytical performance of the standard curve addition includes standard $r^2 = 0.9999$, LOD 0.0018 ppm, LOQ 0.0060 ppm, the sensitivity of 0.1090, the average accuracy of 100.01%, and precision of 1.94%.

Key words : Copper (Cu), Lead (Pb), Sugar, Microwave Digest, Atomic Absorption Spectroscopy.

ABSTRAK

Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) adalah bahan ikutan yang ditemukan dalam gula pasir. Penelitian ini bertujuan mengetahui performa analitik kurva standar dengan penentuan suhu dan waktu terbaik destruksi menggunakan *microwave digestion*, serta performa analitik kurva adisi standar menggunakan suhu dan waktu terbaik destruksi.

Penelitian ini meliputi penentuan performa analitik untuk kurva standar yaitu linearitas, batas deteksi dan batas kuantitasi, sensitivitas, akurasi serta presisi untuk larutan standar Cu dan Pb, kemudian dilakukan pendestruksian sampel gula pasir dengan destruksi basah menggunakan *microwave digestion* dengan variasi suhu 160, 180 dan 200 °C dan variasi waktu 10, 15, 20 dan 30 menit dan waktu penyimpanan 1 sampai 5 hari. Penentuan performa analitik juga ditentukan pada kurva adisi standar untuk larutan Cu dan Pb yang telah ditambahkan sampel hasil destruksi.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa : Suhu dan waktu terbaik destruksi gula pasir menggunakan *microwave digestion* untuk analisis Cu yaitu suhu 200 °C dan waktu 15 menit serta waktu penyimpanan sampai 3 hari. Suhu dan waktu terbaik *microwave digestion* untuk menganalisa logam timbal (Pb) adalah 180 °C dan 10 menit serta waktu penyimpanan hanya sampai 1 hari. Performa analitik untuk kurva standar tembaga (Cu) meliputi $r^2 = 0,9993$; LOD (Limit of Detection) 0,0011 ppm dan LOQ (Limit of Quantitation) 0,0036 ppm; sensitivitas 0,2; rata-rata akurasi sebesar 99,96%; serta presisi 9,46%, sedangkan performa analitik untuk kurva adisi standar tembaga (Cu) meliputi $r^2 = 0,9999$; LOD 0,0012 ppm dan LOQ 0,004 ppm; sensitivitas 0,1729, rata-rata akurasi sebesar 100,07% serta presisi 5,38%. Performansi analitik untuk kurva standar timbal (Pb) meliputi $r^2 = 0,9999$; LOD 0,0019 ppm, LOQ 0,0066 ppm; sensitivitas 0,1069 ppm ; rata-rata akurasi sebesar 99,56 % serta presisi 2,32 %. Performansi analitik kurva adisi standar timbal (Pb) meliputi $r^2 = 0,9999$; LOD 0,0018 ppm, LOQ 0,0060 ppm; sensitivitas 0,1090 ppm; rata-rata akurasi sebesar 100,01 % serta presisi 1,94 %.

Kata kunci : Tembaga (Cu), Timbal (Pb), gula pasir, *Microwave Digestion*, Spektroskopi Serapan Atom

I. PENDAHULUAN

Gula merupakan disakarida yang menjadi sumber energi dan banyak diperdagangkan dalam bentuk kristal sukrosa padat. Gula digunakan untuk mengubah rasa menjadi manis dan warna fisik makanan (karamelisasi) atau minuman. Gula sebagai sukrosa diperoleh dari nira tebu, bit, atau aren (Santoso, 2008). Proses pembuatan gula pasir dari batang tebu melalui beberapa proses, diantaranya adalah penggilingan tebu (pemerahan nira), klarifikasi, penguapan, kristalisasi, pemurnian *raw sugar*, dan dekolorisasi.

Gula pasir dapat berpotensi besar tercemar oleh logam tembaga. Hal tersebut disebabkan tuanya mesin produksi yang dikarenakan hampir 90% mesin pabrik-pabrik gula yang ada di Indonesia rata-rata dibuat pada tahun 1800-an (Carebet, 1997). Selain itu karena dalam proses produksi menggunakan pemanasan dengan suhu tinggi yang dapat memperbesar potensi cemaran tembaga dalam bentuk ion bebas larut saat proses produksi.

Logam tembaga (Cu) berperan sebagai *metal cofactor* dalam sistem metabolisme organisme hidup (Hutagalung dan Sutomo, 1999). Kadar unsur tembaga di dalam tubuh tidak boleh kurang ataupun lebih. Logam tembaga dalam jumlah berlebih dapat bersifat racun bagi organisme. Keracunan tembaga pada manusia dapat terjadi karena adanya tembaga dalam bahan pangan yang dikonsumsi. Misalnya, bahan pangan yang dikemas menjadi makanan kaleng, suplemen yang mengandung tembaga maupun gula pasir (Setiady, 2008)

Kontaminasi logam timbal dalam gula pasir dapat disebabkan dari air yang digunakan dan penambahan larutan form A dan form B pada proses penjernihan (Suksmaji, 2001). Maksimal logam timbal (Pb) didalam tubuh 10 µg/L. Menurut SNI, maksimal logam timbal dalam makanan adalah 2 ppm, sedangkan menurut (ICUMSA) standar maksimal logam timbal sebesar 0,5. Adapun syarat mutu cemaran

logam tembaga (Cu) menurut Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk gula kristal putih pada SNI 3140.3:2010 untuk batas maksimum yaitu sebesar 2 ppm. Sedangkan menurut *International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis* atau ICUMSA (2011), syarat mutu cemaran logam tembaga (Cu) untuk gula kristal putih untuk batas maksimum yaitu sebesar 1 ppm.

Analisis logam menggunakan SSA harus memenuhi syarat yaitu logam yang akan dianalisis harus dalam keadaan bebas dan bukan dalam bentuk senyawa bersama molekul lain. Untuk memecah ikatan kovalen antara sukrosa dengan logam harus dilakukan pendestruksian yang tepat yang mampu melarutkan larutan (sukrosa), memutuskan ikatan logam dengan sukrosa dan mampu mempertahankan kestabilan logam salah satunya adalah dengan *microwave* (Berghoff, 2000).

II. METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan Penelitian

Alat yang digunakan pada penelitian ini antara lain seperangkat instrument Spektroskopi Serapan Atom merk Varian spectra AA 240, *microwave digestion* merk Mars Xpress, timbangan analitik, peralatan alat gelas laboratorium, botol semprot, botol plastik sampel, vessel, rak vessel, oven, lemari asam, desikator dan pipet tetes.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah gula pasir, akuades, akuabidest, larutan standar Cu 1000 ppm merk Merck, larutan standar Pb 1000 ppm merk E-Merck dan Asam Nitrat pekat (HNO₃).

Pembuatan Kurva Standar Cu

Dibuat sederetan larutan standar Cu 0,00 mg/L; 0,02 mg/L; 0,04 mg/L; 0,06 mg/L; 0,08 mg/L dan 0,1 mg/L dengan pengencer HNO₃ 0,5M ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan sampai batas (ICUMSA, 2011). Sederetan larutan standar Cu dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) merk Varian spectra

AA 240 pada kondisi optimum sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing (Rohman, 2007). Setelah didapatkan kurva standar maka dilakukan perhitungan terhadap performa analitik kurva standar yang meliputi linearitas, batas deteksi dan batas kuantitasi, sensitivitas, akurasi serta presisi.

Pembuatan Kurva Standar Pb

Larutan Pb 1000 ppm diencerkan menjadi 10 ppm dengan memindahkan 0,5 mL ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas. Larutan Pb 0,2 mg/L dibuat dengan cara yang sama, namun larutan yang dipindahkan 1 mL larutan baku 10 mg/L. Larutan standar Pb 0,02 ppm; 0,04 ppm; 0,06 ppm; 0,08 ppm; 0,1 ppm dibuat dengan cara memindahkan 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL; 25 mL larutan baku 2 mg/L kedalam labu ukur 100 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas.

Penentuan Suhu dan Waktu Terbaik Destruksi Basah dengan *Microwave Digestion*

Ditimbang sampel gula sebanyak 0.4 gram. Selanjutnya sampel gula yang akan didestruksi, masing-masing dimasukkan ke dalam 6 buah vessel. Ditambahkan HNO₃ pekat sebanyak 10 ml pada tiap vessel. Ditutup vessel dan diletakkan vessel di dalam rak. Selanjutnya dimasukkan rak vessel ke dalam *microwave digestion* dan ditutup pintu. Kemudian di *setting* suhu dan waktunya yaitu 160 °C, 180 °C dan 200 °C dan variasi waktu 10, 15, 20 dan 30 menit serta waktu penyimpanan 1 sampai 5 hari. Selanjutnya dimasukkan larutan ke labu takar 50 ml dan ditanda bataskan dengan HNO₃ 0,5 M dan dihomogenkan (CEM, 2010). Sampel ditentukan kadarnya menggunakan grafik kurva standar dengan SSA.

Pembuatan Kurva Adisi Standar Cu dan Pb Menggunakan Waktu dan Suhu Terbaik

Dibuat sederetan larutan standar Cu 0,00 mg/L; 0,02 mg/L; 0,04 mg/L; 0,06 mg/L; 0,08 mg/L dan 0,1 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL; 20 mL dan 25 mL larutan baku 0,2 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL yang telah berisi 5 ml sampel hasil destruksi suhu dan waktu terbaik kemudian diencerkan dengan HNO₃ 0,5M sampai batas dan dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) merk Varian spectra AA 240 pada kondisi optimum sehingga diperoleh data absorbansi masing-masing. Diulang dengan larutan standar Pb (Rohman, 2007).

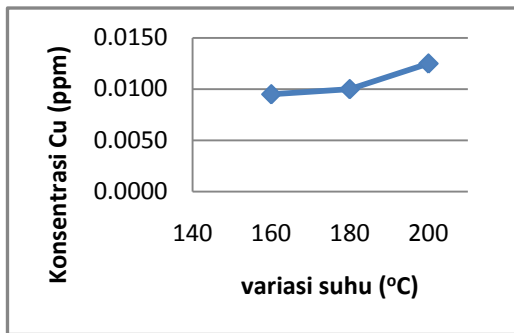
III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Suhu dan Waktu Terbaik Destruksi Basah dengan *Microwave Digestion* untuk Analisis Cu pada Gula pasir

Penentuan suhu dan waktu terbaik destruksi basah menggunakan *microwave digestion* ditinjau dari kadar logam baik tembaga (Cu) atau timbal (Pb) yang terbaca paling tinggi. Untuk memecah ikatan kovalen antara sukrosa dengan logam harus dilakukan pendestruksian yang tepat yang mampu melarutkan larutan (sukrosa), memutuskan ikatan logam dengan sukrosa dan mampu mempertahankan kestabilan logam. Oleh karena itu, dibutuhkan suhu dan waktu terbaik destruksi dalam memecah ikatan antara senyawa organik dengan logam.

Penentuan suhu optimum untuk analisis logam dilakukan destruksi dengan variasi suhu 160 °C, 180 °C dan 200 °C dengan waktu sebesar 15 menit. Adapun hasil analisis menggunakan spektroskopi serapan atom adalah logam tembaga Kadar tembaga yang terbaca terus meningkat seiring dengan bertambahnya suhu destruksi. Data perolehan logam tembaga (Cu) menggunakan variasi suhu 160 °C, 180 °C dan 200 °C dengan waktu sebesar 15 menit disajikan pada grafik hubungan antara kadar logam tembaga yang terbaca

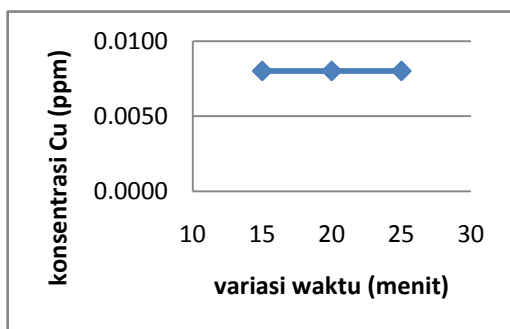
dengan variasi suhu destruksi sebagai berikut:



Gambar 1. Grafik hubungan variasi suhu destruksi dengan konsentrasi logam Cu

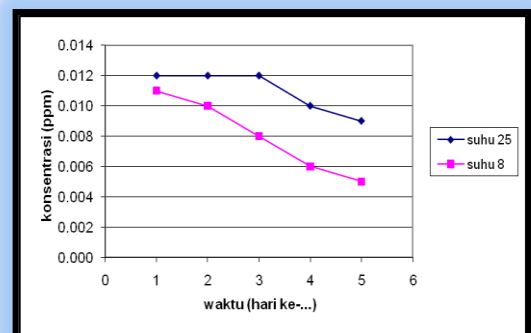
Pada data yang diperoleh tersebut telah diketahui bahwa nilai rerata absorbansi paling tinggi ditunjukkan pada suhu 200 °C sebesar 0,0031 dan konsentrasi yang diperoleh sebesar 0,0125 ppm. Sehingga diketahui bahwa suhu terbaik untuk destruksi gula pasir menggunakan *microwave digestion* sebesar 200 °C. Kemudian setelah diperoleh suhu terbaik destruksi menggunakan *microwave digestion* maka dilanjutkan dengan destruksi untuk mengetahui waktu terbaik destruksi menggunakan *microwave digestion*. Dilakukan destruksi pada suhu 200 °C dengan variasi waktu sebesar 15, 20 dan 25 menit.

Adapun data perolehan logam tembaga (Cu) menggunakan suhu 200 °C dengan variasi waktu sebesar 15, 20 dan 25 menit. disajikan pada grafik hubungan antara kadar logam tembaga yang terbaca dengan variasi suhu destruksi sebagai berikut:



Gambar 2. Grafik hubungan variasi waktu destruksi dengan konsentrasi logam Cu

Dari data yang diperoleh dapat diketahui bahwa waktu terbaik untuk destruksi gula pasir menggunakan *microwave digestion* sebesar 15 menit. Waktu destruksi ini berhubungan dengan banyaknya sampel yang didestruksi. Semakin banyak sampel yang akan didestruksi maka semakin lama pula proses destruksi tersebut berlangsung. Sehingga dapat diketahui bahwa waktu terbaik untuk mendestruksi 0,4 gram sampel gula pasir dibutuhkan waktu selama 15 menit. Dari destruksi yang telah dilakukan tersebut diketahui bahwa suhu terbaik destruksi menggunakan *microwave digestion* sebesar 200 °C dan waktu terbaik destruksi menggunakan *microwave digestion* selama 15 menit. Selanjutnya ditentukan kestabilan kadar logam tembaga (Cu) pada suhu dan waktu terbaik destruksi menggunakan *microwave digestion* dengan berbagai waktu penyimpanan seperti gambar berikut:



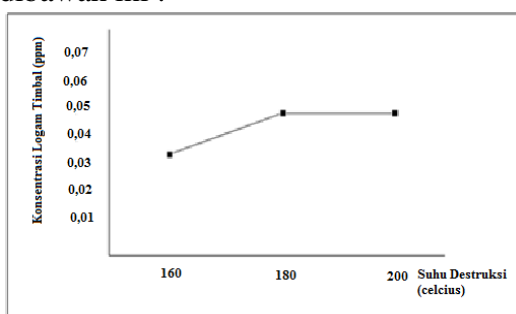
Gambar 3 Grafik hubungan variasi waktu penyimpanan dengan konsentrasi logam (Cu)

Dari grafik diatas diketahui bahwa kestabilan logam tembaga (Cu) sangat baik pada suhu 25°C jika dibandingkan dengan suhu 8°C yang mengalami penurunan konsentrasi yang lebih tajam. Penurunan kadar tembaga (Cu) yang terjadi tersebut disebabkan adanya molekul sukrosa yang mengikat kembali logam tembaga tersebut karena pada suhu ruang (25 °C) tidak dapat mengontrol suhu agar tetap berada pada 25 °C sehingga jika ada penurunan suhu beberapa derajat maka juga akan

mempengaruhi kestabilan dari larutan sampel tersebut.

Penentuan Suhu dan Waktu Terbaik Destruksi Basah dengan Microwave Digestion untuk Analisis Pb pada Gula pasir

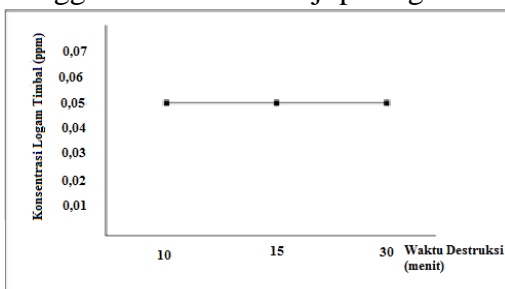
Penentuan suhu optimum metode destruksi microwave dilihat dari nilai konsentrasi tertinggi pada setiap variasi suhu. Adapun hasil pengukuran menggunakan SSA tersaji pada gambar dibawah ini :



Gambar 4 Grafik hubungan variasi suhu dengan konsentrasi logam (Pb)

Pada gambar dapat dilihat bahwa, terjadi kenaikan konsentrasi logam timbal (Pb) pada suhu 160 °C dari konsentrasi sebesar 0,03 ppm menjadi 0,05 ppm pada suhu 180 °C dan konstan pada suhu 200 °C, sehingga dapat disimpulkan bahwa suhu optimum dari proses destruksi gula sebesar 180 °C.

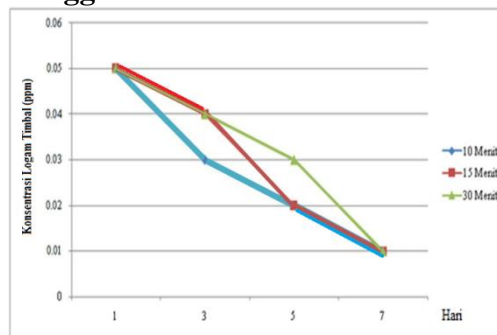
Pengamatan waktu optimum metode destruksi microwave dilakukan pada waktu 10 menit, 15 menit, dan 30 menit. Waktu optimum dapat dilihat dari nilai konsentrasi tertinggi. Adapun hasil pengukuran menggunakan SSA tersaji pada gambar 5.



Gambar 5 Grafik hubungan variasi waktu destruksi dengan konsentrasi logam (Pb)

Pada gambar diatas dapat dilihat bahwa, konsentrasi logam timbal berada pada keadaan konstan sebesar 0,05 ppm. Dengan demikian, dapat diketahui bahwa, waktu memiliki pengaruh yang kecil dalam proses destruksi logam timbal pada sukrosa.

Grafik kestabilan logam timbal dengan menggunakan suhu 180 °C



Gambar 6 Grafik hubungan variasi waktu penyimpanan dengan konsentrasi logam Cu

Penurunan kadar timbal (Pb) yang terjadi tersebut disebabkan adanya molekul sukrosa yang mengikat kembali logam timbal tersebut karena pada suhu ruang (25 °C) tidak dapat mengontrol suhu agar tetap berada pada 25 °C sehingga jika ada penurunan suhu beberapa derajat maka juga akan mempengaruhi kestabilan dari larutan sampel tersebut.

Penentuan Performa analitik analisis kadar tembaga (Cu) menggunakan kurva standar dan kurva adisi standar

Dalam penentuan suhu dan waktu terbaik telah didapatkan hasil bahwa suhu destruksi 200 °C dengan waktu destruksi 15 menit. Pada penelitian ini larutan sampel yang ditambahkan adalah 5 mL dan diencerkan menjadi 50 mL. Adapun hasil pengukuran kadar logam tembaga (Cu) menggunakan kurva adisi standar adalah 0,081 ppm dan pada ulangan kedua sebesar 0,075 ppm. Untuk perbandingan performa analitik antara kurva standar dan adisi standar tersaji pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan performa analitik antara dua metode

Metode Parameter	Kurva Standar	Kurva Adisi Standar
Linearitas	0,9993 ppm	0,9999 ppm
Batas Deteksi (LOD)	0,0011 ppm	0,0012 ppm
Batas Kuantitasi (LOQ)	0,0036 ppm	0,0040 ppm
Sensitivitas	0,2	0,1729
Rata-rata Akurasi	99,96 %	100,07 %
Presisi	9,46%	5,38%

Parameter yang pertama dibandingkan adalah linearitas. Untuk harga r^2 pada kedua kurva adalah sama sensitifnya dimana harga r^2 untuk kurva standar adalah 0,9993 dan kurva adisi standar adalah 0,9999. Semakin mendekati nilai 1 maka linearitas sebuah kurva akan semakin sensitif (Skoog, 1985). Parameter kedua yang dibandingkan adalah nilai LOD dan LOQ. Dari Tabel diatas dapat diketahui bahwa nilai LOD dan LOQ dari kurva adisi standar tembaga (Cu) lebih besar daripada kurva standar tembaga (Cu) sehingga kurva kalibrasi dapat mendeteksi analit sampai batas terkecil tersebut. Adapun nilai dari LOD dan LOQ dari kurva standar dan adisi standar berturut-turut adalah 0,0011; 0,0036 dan 0,0012; 0,0040.

Parameter yang ketiga adalah sensitivitas. Dari data dapat diketahui nilai 0,1729 untuk kurva adisi standar dan 0,2 untuk kurva standar, hal ini menunjukkan bahwa nilai sensitivitas kurva standar lebih tinggi daripada kurva adisi standar sehingga kurva standar lebih sensitif daripada kurva adisi standar. Parameter selanjutnya adalah akurasi. Dari Tabel dapat diketahui bahwa dalam kurva standar dan kurva adisi standar seluruh data yang diterima secara statistik dikarenakan semua data masih memenuhi range tersebut yakni berkisar 98% - 102%.

Sehingga dapat dikatakan kurva standar dan kurva adisi standar memenuhi persyaratan akurasi. Parameter yang terakhir adalah presisi. Hasil analisa menunjukkan presisi untuk kurva standar dan adisi standar berturut-turut adalah 9,46% dan 5,38%. Presisi kedua metode ini masih memenuhi persyaratan presisi yakni dibawah 16%.

Kurva adisi standar lebih sensitif dibandingkan dengan kurva standar dikarenakan pada metode adisi standar terjadi koreksi antara sampel dengan matriks. Namun metode adisi standar membutuhkan waktu pengerjaan yang lama, keadaan ini disebabkan ketika akan menganalisa sebuah sampel maka harus membuat kurva terlebih dahulu. Berbeda lagi dengan kurva standar yang dapat dilakukan pembacaan ulang untuk sampel selanjutnya (*recall*) terhadap kurva terdahulu sehingga waktu yang digunakan lebih efektif dan efisien. Dimana ketika akan banyak sampel yang dianalisa dengan waktu pengerjaan yang membutuhkan waktu relatif singkat maka kurva standar ini bisa digunakan sebagai alternatif metode (Andarwulan, 2011).

Perbandingan hasil pengukuran antara kurva standar dan kurva adisi standar untuk pengukuran kadar logam tembaga (Cu) dalam gula pasir kemasan tersaji sebagai berikut:

Tabel 2. Perbandingan hasil pengukuran kadar logam tembaga (Cu) dalam gula pasir kemasan

Metode	Konsentrasi
Kurva adisi standar	0,9375
Kurva Standar	0,9750

Penentuan Performa analitik analisis kadar timbal (Pb) menggunakan kurva standar dan kurva adisi standar

Dalam penentuan suhu dan waktu terbaik telah didapatkan hasil bahwa suhu destruksi 180 °C dengan waktu destruksi 15

menit. Pada penelitian ini larutan sampel yang ditambahkan adalah 5 mL dan diencerkan menjadi 50 mL. Adapun performa analitik untuk metode destruksi microwave yang diukur dari kurva standar Pb, antara lain:

Tabel 3 Perbandingan performa analitik antara dua metode

Parameter/ Metode	Kurva Standar	Kurva Adisi Standar
Linearitas	0,9999	0,9999
(LOD)/ppm	0,0019	0,0018
(LOQ)/ppm	0,0066	0,0060
Sensitivitas	0,1069	0,1090
Rata-rata Akurasi	99,56 %	100,01 %
Presisi	2,32%	1,94%

Penentuan Konsentrasi Logam (Pb) dalam gula pasir

Perbandingan hasil pengukuran antara kurva standar dan kurva adisi standar untuk pengukuran kadar logam tembaga (Pb) dalam gula pasir kemasan tersaji sebagai berikut:

Tabel 4. Perbandingan hasil pengukuran kadar logam tembaga (Pb) dalam gula pasir kemasan

Metode	Konsentrasi
Kurva adisi standar	0,37 ppm
Kurva Standar	0,32 ppm

Dalam penelitian ini digunakan destruksi basah karena pada umumnya destruksi basah dapat dipakai untuk menentukan unsur-unsur dengan konsentrasi yang rendah. Dalam analisis gula pasir kemasan ini menggunakan metode destruksi basah dengan instrumen *microwave digestion* dan zat pengoksidasi HNO₃ 65% yang berfungsi sebagai destruktur. Larutan ini dipakai untuk bahan-bahan organik yang sulit dihancurkan.

Sukrosa adalah suatu disakarida heterogen tersusun dari unit D-glukosa dan D-fruktosa. Dilihat dari strukturnya, sukrosa mempunyai potensi yang cukup besar untuk terputus atom hidrogennya

pada gugus -OH karena pemanasan. Mekanisme pemutusan yang terjadi antara gugus -OH yang terikat pada sukrosa dengan ion logam yang bermuatan positif (kation). M⁺ dan M²⁺ adalah ion logam, -OH adalah gugus hidroksil dan Y adalah matriks tempat gugus -OH terikat (sukrosa). Interaksi antara gugus -OH dengan ion logam juga memungkinkan melalui mekanisme pembentukan kompleks koordinasi karena atom oksigen (O) pada gugus -OH mempunyai pasangan elektron bebas, sedangkan ion logam mempunyai orbital d kosong. Pasangan elektron bebas tersebut akan menempati orbital kosong yang dimiliki ion logam, sehingga terbentuk senyawa atau ion kompleks. Sehingga berdasarkan teori tersebut ion dengan gugus hidroksil (-OH) melibatkan terbentuknya ikatan kovalen koordinasi, hal ini dimungkinkan karena atom oksigen (O) pada gugus hidroksil (-OH) mempunyai pasangan elektron bebas sedangkan ion logam mempunyai orbital d yang kosong. Pasangan elektron bebas tersebut akan menempati orbital kosong yang dimiliki oleh ion logam sehingga terbentuk suatu kompleks koordinasi. Pada pembentukan kompleks koordinasi, kation ion bertindak sebagai ion pusat dan sukrosa bertindak sebagai ligan.

IV. KESIMPULAN

Dari penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

1. Suhu dan waktu terbaik destruksi gula pasir menggunakan *microwave digestion* yaitu untuk suhu terbaik sebesar 200 °C dan untuk waktu terbaik sebesar 15 menit. Suhu dan waktu optimum optimum *oven microwave digest* untuk menganalisa logam timbal (Pb) adalah 180 °C dan 10 menit
2. Performa analitik untuk kurva standar tembaga (Cu) meliputi r² = 0,9993; LOD (Limit of Detection) 0,0011 ppm dan LOQ (Limit of Quantitation) 0,0036 ppm; sensitivitas 0,2; akurasi rerata sebesar 99.96%; serta presisi 9,46%, sedangkan performa analitik untuk

kurva adisi standar tembaga (Cu) meliputi $r^2 = 0,9999$; LOD 0,0012 ppm dan LOQ 0,004 ppm; sensitivitas 0,1729, akurasi rerata sebesar 100,07% serta presisi 5,38%. Performasi analitik untuk kurva standar timbal (Pb) meliputi $r^2 = 0,9999$; LOD 0,0019 ppm, LOQ 0,0066 ppm; sensitivitas 0,1069 ppm; akurasi sebesar 99,56 %; serta presisi 2,32 %. Performasi analitik untuk kurva adisi standar timbal (Pb) meliputi $r^2 = 0,9999$; LOD 0,0018 ppm, LOQ 0,0060 ppm; sensitivitas 0,1090 ppm; akurasi sebesar 100,01 %, serta presisi 1,94 %.

SARAN

Penelitian selanjutnya dapat dilakukan yaitu:

1. Variasi tekanan, daya, variasi jumlah oksidator yang digunakan dan variasi rentang variasi suhu dan waktu destruksi
2. Penelitian logam lain selain tembaga dan timbal pada gula pasir
3. Membandingkan dengan metode SNI maupun ICUMSA yang telah ada sehingga dapat diketahui metode yang lebih baik secara nyata.

V. DAFTAR PUSTAKA

- Allen, Lori. B., Siitonen, Paul.H, dan Thompson, Jr. 1997. *Method for the Determination of Arsenic, Cadmium, Copper, Lead, and Tin in Sucrose, Corn Syrup and High-Fructose Corn Syrup by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry*. Journal Agriculture Food Chemistry, Vol. 45.
- AOAC. 2002. *Lead, Cadmium, Zinc, Copper, and Iron in Food: Atomic Absorption Spectrophotometry after Microwave Digestion*. AOAC International
- Berghof. 2000. *Theory of Sample Preparation Using Acid Digestion, Pressure Digestion and Microwave Digestion (Microwave Decomposition)*. Jerman: Zandel Holding Enterprise. <http://www.berghof-instruments.de> (diakses 5 Desember 2011)
- Carebet . 1997. *Penelitian Sirkulasi Imbibisi*. Majalah Perusahaan Gula Vol XIII No. 2. Pasuruan : BP3G.
- CEM. 2010. *Manual Book: Application Note for Acid Digestion*. CEM Cooperation
- Hutagalung, P. H dan Sutomo. 1999. *Kandungan Cu dan Zn dalam kerang hijau (Mytilus viridis Linn) dan karang darah (Anadara ceranosa Linn) dari Perairan Teluk Banten*. Prosiding Seminar Tentang Oseanologi dari Ilmu Lingkungan Laut. Puslitbang Oseanologi LIPI: Jakarta
- ICUMSA. 2011. *New Method GS 9-9: Copper in Plantation White Sugar by Flame Atomic Absorption Spectroscopy*. ICUMSA (International Commission for Uniform Method of Sugar Analysis) Instruction Manual. *Varian Spectra AA 240*. Varian Spectra Atomic Absorption Spectrophotometer
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Setiady, S.A. 1997. *Penentuan Kandungan Tembaga dan Timbal dalam Susu Kental Manis dengan Spektrofotometri Serapan Atom* [Skripsi Jurusan Kimia]. Fakultas MIPA : Universitas Islam Indonesia.
- SNI 3140.3:2011. *Gula Kristal Putih (Plantation White Sugar)*. SNI (Standar Nasional Indonesia)
- Suksmaji, 2001. *Proses Pembuatan Gula*. Pasuruan:P3GI