

Analisis Pengendalian Mutu dan Kadar Logam Timbal pada Gula Kristal Putih di Pasaran Menggunakan ICP-OES

Nina Kurnia Febriana*, Nanik Wijayati

Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Negeri Semarang, Indonesia
Gedung D6 Lt.2, Kampus Sekaran Gunungpati, Semarang 50229
E-mail: ninakurnia1202@gmail.com

Diterima 25 Agustus 2023

Disetujui 01 Desember 2023

Abstrak

Pengujian kualitas (mutu) dan penentuan kadar cemaran logam timbal telah dilakukan pada sampel gula kristal putih yang diperjual-belikan dipasaran dengan menggunakan metode ICP-OES. Pengujian ini dilakukan untuk mengevaluasi kualitas (mutu) dari gula kristal putih yang beredar dipasaran serta untuk mengetahui keefektifan dari metode ICP-OES dalam menganalisis cemaran logam timbal pada sampel gula kristal putih. Hasil dari pengujian kualitas (mutu) dari gula kristal putih yaitu 8 sampel gula kristal putih memenuhi ketentuan ICUMSA SNI 3140.3:2020, 15 sampel (semua sampel) memenuhi ketentuan kadar maksimal SO₂ SNI 3140.3 : 2020, 13 sampel memenuhi ketentuan susut pengeringan (kadar air) SNI 3140.3 : 2020 dan 6 sampel memenuhi ketentuan polarisasi gula kristal putih SNI 3140.3 : 2020. Sedangkan untuk 5 sampel yang dianalisis kadar cemaran logam timbalnya semua sampel menunjukkan hasil bahwa kadar logam timbalnya tidak melebihi batas maksimal SNI 3140.3 : 2020 dan untuk uji linearitas menunjukkan nilai koefisien linier (R²) sebesar 0,9999; hasil LoD sebesar 0,002155 ppm; hasil LoQ sebesar 0,007183 ppm; hasil akurasi yang ditunjukkan dengan nilai %Recovery sebesar 95,21% dan hasil presisi yang ditunjukkan dengan nilai %RSD sebesar 1,95%.

Kata kunci: kualitas mutu, gula kristal putih, timbal, ICP-OES

Abstract

Quality testing and determining levels of lead metal contamination have been carried out in samples of white crystal sugar sold on the market using the ICP-OES method. This test was carried out to evaluate the quality of white crystal sugar on the market and to determine the effectiveness of the ICP-OES method for analyzing lead metal contamination in white crystal sugar samples. The results of testing the quality (quality) of white crystal sugar, namely 8 samples of white crystal sugar meet the provisions of ICUMSA SNI 3140.3: 2020, 15 samples (all samples) meet the provisions of the maximum SO₂ content of SNI 3140.3: 2020, 13 samples meet the provisions for drying shrinkage (moisture content) SNI 3140.3: 2020 and 6 samples met the white crystal sugar polarization provisions of SNI 3140.3: 2020. Meanwhile for the 5 samples that were analyzed for lead metal contamination levels, all samples showed results that the lead metal content did not exceed the maximum limit of SNI 3140.3: 2020 and for the linearity test it showed the linear coefficient (R²) value is 0.9999; LoD results of 0.002155 ppm; LoQ results of 0.007183 ppm; The accuracy results are shown by the %Recovery value of 95.21% and the precision results are shown by the %RSD value of 1.95%.

Keywords: quality, white crystal sugar, lead, ICP-OES

How to cite:

Febriana, N. K., Wijayati, N. (2024). Analisis pengendalian mutu dan kadar logam timbal pada gula kristal putih di pasaran menggunakan ICP-OES. *Indonesian Journal of Mathematics and Natural Sciences*, 47(1), 23-36.

PENDAHULUAN

Gula kristal putih (GKP) merupakan salah satu produk yang memenuhi kebutuhan pokok yang berbahan dasar dari tanaman tebu (Wijaya et al., 2022). Posisi gula sebagai bahan pemanis utama di Indonesia masih belum tergantikan oleh bahan lain yang digunakan oleh rumah tangga maupun industri makanan dan minuman (Purnamasari et al., 2018). Sehingga kebutuhan GKP dari tahun ke tahun semakin meningkat, hal tersebut terjadi karena adanya peningkatan jumlah penduduk dan konsumsi GKP oleh masyarakat (Kementerian Perindustrian Republik Indonesia, 2022). Maka pemerintah melalui Menteri Pertanian menetapkan Peraturan Menteri Nomor 68/Permentan/OT.140/6/2013 tentang pemberlakuan standar nasional indonesia gula kristal putih yang secara wajib ditetapkan pada tanggal 17 Juni 2013. Peraturan pemerintah ini akan dalam berlaku 24 (dua puluh empat) bulan setelah tanggal penetapan guna melindungi konsumen gula di Indonesia. Dengan adanya peraturan tersebut, produsen gula kristal putih diwajibkan untuk mematuhi standar GKP SNI 3140.3:2010 dan amandemen 1.2011 (Hartanto, 2014).

Produk yang baik adalah produk yang memiliki tingkat kualitas (mutu) yang tinggi sehingga memenuhi kebutuhan konsumen serta memiliki tingkat kekurangan yang rendah (Fernando & Mustafa, 2017). Begitu juga dengan gula kristal putih, setiap gula kristal putih yang dipasarkan dan akan dikonsumsi oleh masyarakat harus memiliki kualitas (mutu) sesuai dengan standar ketentuan yang berlaku. Seperti halnya kualitas warna larutan gula (ICUMSA), warna larutan gula menunjukkan kemurnian dan banyaknya kotoran yang terdapat dalam gula tersebut. Sehingga semakin tinggi nilai warna larutan gula kristal putih menunjukkan bahwa gula tersebut mengandung banyak kotoran yang tidak baik jika dikonsumsi oleh tubuh (Widiaswanti, 2014). Akan tetapi semakin putih warna larutan gula kristal putih maka semakin besar kadar SO₂ yang terkandung dalam gula kristal putih tersebut. Belerang dioksida jika dikonsumsi berlebih dapat menyebabkan perlukaan lambung, mempercepat serangan asma, mutasi genetik, kanker dan aler. Maka keberadaan SO₂ dalam bahan makanan harus dibatasi (Hartanto, 2014). Begitu juga dengan kadar air gula kristal putih semakin tinggi kadar air dalam gula kristal putih maka gula tersebut akan berubah tekstur sehingga dapat menyebabkan gula kristal putih tidak bertahan lama untuk penyimpanannya (Hartanto, 2014). % polarisasi merupakan standar utama yang digunakan untuk menentukan kualitas gula kristal putih. % polarisasi merupakan nilai yang menyatakan kemurnian gula dengan kandungan sukrosa dari gula sebagai persentase massa (Din & Rasool, 2015). Sehingga semakin rendah ataupun tinggi % polarisasi dari gula kristal putih maka akan mempengaruhi tingkat kemanisan dari gula tersebut. Gula kristal putih juga dapat terkontaminasi logam timbal (Dewi et al., 2013).

Analisis logam timbal pada sampel gula kristal putih sudah pernah dilakukan oleh Dewi et al., (2013) secara Atomic Absorption Spectrophotometer dengan menggunakan metode Microwave Digestion dan didapatkan hasil bahwa sampel gula kristal putih yang diteliti mengandung logam timbal sebanyak 0,05 ppm. Namun, dari hasil penelitian oleh Naschan et al., (2017) tentang uji validasi antara metode FAAS dan ICP-OES menunjukkan hasil bahwa berdasarkan uji t tidak berpasangan terdapat perbedaan yang cukup signifikan pada rerata konsentrasi logam Fe dari kedua metode analisis tersebut. Berdasarkan hasil analisis validitas uji, metode ICP-OES lebih unggul dari metode FAAS. Sehingga dalam penelitian ini akan digunakanlah Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) dalam analisis kadar logam timbal pada sampel gula kristal putih. Pengujian secara ICP-OES telah terbukti menjadi metode yang cepat dan akurat untuk analisis komposisi mineral. Sejumlah besar data yang diperoleh dengan menggunakan metode ini dapat dievaluasi dengan metode analisis eksplorasi, seperti Hierarchical Cluster Analysis (HCA) dan Principal Component Analysis (PCA) (Froes et al., 2009).

Adanya Undang-Undang Pangan, khususnya Undang-undang No.7 Tahun 1996 yang tujuan peraturan pangan tersebut dibuat adalah untuk melindungi konsumen dari masalah kesehatan sekaligus mendukung pelanggan dalam mengevaluasi serta memilih bahan-bahan makanan untuk dicerna (Mamuaja, 2016). Penelitian ini dilakukan untuk mengevaluasi kualitas atau mutu dari gula kristal putih yang beredar dipasaran dan diketahui gula kristal putih yang dipasarkan tersebut sudah benar-benar lolos ketentuan syarat Standar Nasional Indonesia Gula Kristal Putih (GKP) 3140.3:2010 ataupun tidak. Analisis kualitas gula kristal putih yang akan dilakukan meliputi analisis warna larutan gula (ICUMSA), analisis susut pengeringan (kadar air) gula kristal putih, analisis % polarisasi gula kristal putih, analisis kadar belerang dioksida (SO₂) dalam gula kristal putih, dan analisis cemaran logam timbal (Pb) pada gula kristal putih dengan menggunakan metode pengujian Inductively

Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES). Sedangkan untuk variabel terikat pada penelitian ini yaitu nilai ICUMSA, % susut pengeringan (kadar air), % polarisasi, % kadar SO₂, banyaknya cemaran tembaga yang terkandung dalam gula kristal putih sampel. Sehingga dari latar belakang yang telah dijelaskan sebelumnya, maka peneliti tertarik untuk mengetahui kualitas atau mutu dari gula kristal putih yang dipasarkan dan dikonsumsi oleh masyarakat memiliki kualitas yang terjamin sesuai SNI atau tidak.

METODE

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik, *magnetic stirrer Joanlab, hot plate, magnetic stirrer Thermo Scientific, stir bar*, pompa *vacuum Rocker 800*, corong *buchner*, labu filtrasi, desikator, penangas *ultrasonic Skymen*, refraktometer *Anton Paar Abemmat 300*, polarimeter otomatis *MCP500 Sucromat Anton Paar, Coloromat 100 Schmidt + Haensch*, kuvet 5 mm, *moisture analyzer Mettler Toledo HC103*, FAAS *Perkin Elmer 3110* dan *Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry* (ICP-OES) *Thermo Scientific iCAP Pro XP*. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 15 sampel gula kristal putih (GKP), aquades, aquabides, keishelguhr (Merck), indikator amilum (Merck), HCl (Merck) *pro analysis grade*, kalium iodida (Merck), kristal iod (Merck), Na₂S₂O₃.5H₂O (Merck), Pb(NO₃) (Merck) larutan iodium hasil standarisasi, Asam Nitrat 65% (HNO₃ pekat) *pro analysis grade*, kertas saring, kertas saring *Whatman No 42*.

Analisis Warna Larutan Gula (ICUMSA) Gula Kristal Putih

Sampel gula kristal putih ditimbang dengan neraca analitik sebanyak 50±0,1 gram dan ditambahkan aquades sampai 100 gram. Homogenkan dengan *magnetic stirrer* sampai larutan gula benar-benar homogen. Tambahkan 1 gram keishelghur dan homogenkan kembali. Setelah larutan benar-benar homogen, larutan difiltrasi dengan pompa vacum dengan 2 lapis kertas saring dan kemudian filtrat difiltrasi kembali dengan menggunakan pompa vacum dan kertas saring whatman no 42. Filtrat yang didapat dimasukan ke dalam penangas ultrasonic selama 3 menit. Setelah itu didinginkan di desikator selama kurang lebih 10 menit. Setelah dingin, *brix* dari larutan gula diukur dengan menggunakan alat refraktometer otomatis. Setelah didapatkan *brix* gulanya kemudian ICUMSA diukur dengan menggunakan *colorimeter* (Badan Standarisasi Nasional, 2010).

Standarisasi Larutan Iodium

Enam gram KI ditambah 0,8 gram kristal Iod lalu di homogenkan dengan kurang lebih 500 mL aquades hingga larut kemudian dipindahkan pada labu ukur 1000 mL dan ditanda bataskan menggunakan aquades. Larutan selanjutnya didiamkan selama 24 jam sebelum digunakan untuk titrasi. Setelah 24 jam, larutan yang telah dibuat di pipet 40 mL dan dimasukkan dalam erlenmeyer 300 mL, kemudian ditambah 25 mL aquades. Selanjutnya menyiapkan larutan standar natrium tiosulfat untuk titrasi dengan cara menimbang 0,387 gram Na₂S₂O₃.5H₂O yang dilarutkan dalam 1000 mL aquades. Larutan iodium yang telah dibuat dititrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat hingga warna larutan menjadi kuning muda. Selanjutnya larutan ditambah indikator amilum sebanyak 10 mL dan titrasi dan titik akhir titrasi ditandai dengan hilangnya warna biru pada larutan. Kemudian volume natrium tiosulfat yang dibutuhkan untuk titrasi dicatat dan dihitung nilai standarisasi larutan iodium menggunakan persamaan standarisasi larutan iodium. Misal 40 mL Iod (1 mL = 0,2025 mg SO₂).

$$\text{Hasil standarisasi iodium} = \frac{V \times 0,2025 \text{ mg SO}_2}{40 \text{ mL}}$$

Keterangan : V = volume Na₂S₂O₃ yang dibutuhkan untuk mencapai TAT (mL) (Badan Standarisasi Nasional, 2010).

Analisis Penentuan Kadar SO₂ pada Gula Kristal Putih

Lima puluh gram sampel gula kristal putih dan dilarutkan dengan 100 mL aquades. Setelah homogen, ditambahkan 10 mL larutan amilum dan 10 mL HCl 5%. Larutan dititrasi dengan larutan iodium sampai larutan berubah warna menjadi keunguan dan catat volume titrasi dan dilakukan perhitungan sebagai berikut.

$$kadar SO_2 (ppm) = \frac{(t - v) \times 0,1995 \times 1000 \text{ } \mu\text{g}/g_{SO_2}}{\text{berat sampel (g)}}$$

Missal 1 mL larutan iodium setara dengan 0,1995 mg SO₂/mL

Keterangan =

t = titran (mL)

v = titran blanko (mL) (Badan Standarisasi Nasional, 2010).

Analisis Susut Pengeringan (Kadar Air) Gula Kristal Putih

Disiapkan alat moisture analyzer, letakkan tempat contoh (pan) pada alat moisture analyzer, atur suhu alat moisture analyzer sebesar 105° C dan timbangan pastikan mata ikan pada alat moisture analyzer terletak di tengah. Melakukan pemanasan selama kurang lebih 10 menit, tutup penutup pemanas dan setelah suhu pada alat moisture analyzer stabil buka tutup alat moisture analyzer. Timbang gula sebanyak kurang lebih 20 gram pada alat moisture analyzer dan kemudian tutup alat moisture analyzer. Tunggu pemanasan kurang lebih selama 3 menit sampai berat gula mengalami penurunan berat dan setelah stabil pemanas akan otomatis mencantumkan hasil kadar air dari gula sampel (Badan Standarisasi Nasional, 2010).

Analisis Polarisasi Gula Kristal Putih

Ditimbang sampel gula kristal putih sebanyak 26 gram, kemudian ditambah aquades ± 50 mL dan dilarutkan menggunakan magnetic stirrer hingga semua gula larut. Setelah semua gula larut, kemudian larutan gula dimasukkan dalam labu 100 mL dan ditanda batas dengan aquades hingga volume larutan menjadi 100 mL. Kemudian larutan gula dianalisis nilai % pol menggunakan instrumen polarimeter MCP 500 Saccharomat Anton Paar. Nilai % pol GKP yang didapat kemudian dicatat.

Analisis Cemaran Logam Timbal Pada Gula Kristal Putih

Sampel gula kristal putih didestruksi dengan menggunakan metode destruksi basah. Destruksi dilakukan dengan menimbang sampel gula kristal putih (GKP) hingga 1 gram dan kemudian ditambahkan dengan larutan HNO₃/HCl (3:1) dalam labu destruksi (beaker glass 100 mL) sambil dipanaskan pada hot plate pada suhu kurang lebih ±150°C (Prihatin *et al.*, 2017). Proses tersebut dilakukan sampai hilangnya asap coklat yang muncul pada proses destruksi. Proses destruksi dihentikan sampai larutan sudah menunjukkan bahwa proses destruksi telah selesai. Setelah proses destruksi selesai, larutan didiamkan hingga dingin, kemudian larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan tambahkan aquabides sampai tanda batas labu, kemudian larutan dihomogenkan. Kemudian larutan disaring menggunakan kertas saring Whatman No 42 dan dimasukkan ke dalam vial (Endah & Nofriyaldi, 2020). Larutan hasil destruksi diukur absorbansinya dengan menggunakan Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP-OES) dengan panjang gelombang 283,353 nm (Afifah *et al.*, 2019).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Warna Larutan Gula (ICUMSA) Gula Kristal Putih

International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) adalah metode untuk menentukan kolorimetri gula larutan gula yang telah disaring dari konsentrasi (%Brix) yang sudah diketahui. Skala warna ICUMSA digunakan untuk menilai kuantitas dan kualitas gula. Skala warna ICUMSA mengukur kekuningan gula yang dihasilkan dari sisa molase yang tidak dihilangkan selama proses pemurnian dan dapat digunakan untuk memantau dan mengatur proses produksi GKP. Warna gula berhubungan erat dengan tingkat pemurnian; gula mentah berwarna coklat tua, sedangkan gula sangat halus berwarna putih (Rodrigues *et al.*, 2018). Berdasarkan standar kualitas dinyatakan oleh lembaga Badan Standarisasi Nasional Indonesia (BSNI) gula kristal masuk dalam kategori SNI 3140.3.2010 dengan parameter kualitas warna gula (ICUMSA) < 300 IU (Wibowo *et al.*, 2018).

Tabel 1. Nilai ICUMSA (IU) Pada Sampel Gula Kristal Putih (GKP)

Sampel GKP	Brix (%)	Rata-rata (IU)	SNI ICUMSA (IU)
GKP 1	48,49	70,33	76-300
GKP 2	49,33	74,67	76-300
GKP 3	49,52	278,67	76-300
GKP 4	49,37	114,00	76-300
GKP 5	48,86	115,33	76-300
GKP 6	49,41	117,67	76-300
GKP 7	49,52	472,00	76-300
GKP 8	49,36	147,33	76-300
GKP 9	48,53	214,33	76-300
GKP 10	49,48	136,00	76-300
GKP 11	49,94	304,67	76-300
GKP 12	49,83	811,67	76-300
GKP 13	47,61	555,67	76-300
GKP 14	49,91	312,67	76-300
GKP 15	49,12	132,33	76-300

Dari Tabel 1. dapat diketahui bahwa dari 15 sampel gula kristal putih yang dianalisis kualitas nilai ICUMSA, ada 7 sampel yang tidak memenuhi persyaratan SNI 3140.3 : 2020. Pada persyaratan SNI 3140.3:2020 warna larutan gula kristal putih (ICUMSA) minimal adalah 76 IU dan maksimal adalah 300 IU. Pada sampel yang dianalisis ada 2 sampel yang kurang dari persyaratan minimal yaitu sampel dengan kode GKP 1 dan GKP 2 serta 5 sampel yang melebihi batas maksimal dari persyaratan SNI 3140.3 : 2020 yaitu sampel dengan kode GKP 7 GKP 11, GKP 12, GKP 13 dan GKP 14. Semakin tinggi nilai ICUMSA pada gula kristal putih maka semakin banyak kotoran yang terkandung dalam gula kristal putih tersebut. Hal tersebut terbukti pada sampel gula kristal putih yang memiliki kualitas ICUMSA paling rendah yaitu pada sampel dengan kode GKP 12 dan GKP 13 memiliki banyak kotoran yang terkandung dan terbukti pada saat proses filtrasi, residu yang menghasilkan mengandung banyak kotoran dan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Residu Hasil Filtrasi (A) GKP 12 dan (B) GKP 13

Rangkaian prosedur produksi memiliki dampak signifikan terhadap kualitas produk gula kristal putih terutama pada proses pemurnian nira, karena dengan menggunakan metode yang berbeda

pada proses pemurnian akan menghasilkan nilai ICUMSA yang berbeda. Larutan gula kristal putih hasil pemurnian dengan metode sulfitasi memenuhi syarat mutu gula kristal putih, namun warnanya cenderung lebih tinggi, dengan nilai warna larutan mencapai 118-201 IU. Proses pemurnian dengan menggunakan metode karbonatasi yang dihasilkan menunjukkan nilai warna larutan relatif lebih rendah yaitu antara 43,3-80 IU. Dengan nilai warna larutan tersebut, maka gula kristal putih yang diolah dengan metode karbonatasi cenderung mendekati kualitas gula kristal rafinasi karena persyaratan parameter warna larutan gula kristal rafinasi mutu 1 maksimal 45 IU dan mutu 2 maksimal 80 IU. Sedangkan untuk metode defekasi gula kristal putih yang dihasilkan akan lebih gelap dari gula kristal putih hasil metode sulfitasi namun pada metode defekasi biaya yang digunakan lebih sedikit daripada metode lain (Hartanto, 2014).

Analisis Kadar Belerang Dioksida (SO_2) Gula Kristal Putih

Sulfur dioksida (SO_2) termasuk dalam bahan tambahan pangan (BTP) dalam SNI 3140.3-2020 karena berfungsi sebagai pembersih dan pengawet pada makanan. Karena SO_2 dapat menimbulkan hal buruk pada tubuh manusia, keberadaannya dalam bahan makanan harus diminimalkan. Persyaratan GKP dalam SNI 3140.3-210 mencakup batas SO_2 maksimal sebesar 30 mg/kg (Hartanto, 2014). Analisis kadar SO_2 yang terkandung dalam gula kristal putih dilakukan menggunakan metode volumetri dengan titrasi redoks iodimetri. Pada titrasi iodimetri menggunakan larutan iodium sebagai titran yang sebelumnya telah standarisasi terlebih dahulu dengan larutan baku natrium tiosulfat (Suandi *et al.*, 2017). Proses analisis SO_2 dalam gula kristal putih terbentuk reaksi pembentukan ion iodide (I^-) sebagai berikut:



Hasil standarisasi iodium dengan massa dari natrium tiosulfat sebesar 0,387 gram dan volume hasil dari titrasi dengan larutan standar natrium tiosulfat sebanyak 38,80 mL maka didapatkan hasil standarisasi larutan iodium sebesar 0,1964.

Tabel 2. Kadar SO_2 dalam Sampel Gula Kristal Putih (GKP)

Sampel GKP	Volume Titrasi (mL)	Kadar SO_2 (mg/kg)	Nilai Maksimal Kadar SO_2 SNI (mg/kg)
GKP 1	0,66	2,62	30
GKP 2	0,76	3,01	30
GKP 3	1,3	5,11	30
GKP 4	0,76	3,01	30
GKP 5	0,86	3,40	30
GKP 6	0,8	3,14	30
GKP 7	0,83	3,27	30
GKP 8	0,8	3,14	30
GKP 9	0,76	3,01	30
GKP 10	1,26	4,98	30
GKP 11	2,7	10,61	30
GKP 12	1,46	5,76	30
GKP 13	3,5	13,75	30
GKP 14	2,73	10,74	30
GKP 15	1,26	4,98	30

Berdasarkan Tabel 2. dapat diketahui bahwa, dari 15 sampel gula kristal putih yang dianalisis, semua sampel gula kristal putih memenuhi persyaratan SNI 3140.3 : 2020 yang menyatakan batas maksimal kadar SO_2 pada gula kristal putih sebesar 30 mg/kg. Dari hasil analisis yang didapat, sampel gula kristal putih yang memiliki kadar SO_2 yang sedang atau tinggi serta memiliki nilai ICUMSA sedang atau tinggi, menandakan bahwa proses produksi pemurnian nira gula sampel menggunakan metode sulfitasi, karena pada metode sulfitasi dilakukan penambahan gas SO_2 dan

Ca(OH)2. Sedangkan hasil analisis pada sampel gula kristal putih yang memiliki kadar SO2 yang rendah tetapi memiliki nilai ICUMSA yang rendah juga seperti pada sampel gula kristal putih dengan kode GKP 1 dan GKP 2 maka menandakan bahwa gula kristal putih tersebut diproduksi dengan proses pemurnian menggunakan metode karbonatasi, karena pada metode tersebut dilakukan penambahan Ca(OH)2, gas CO2 dan sedikit saja gas SO2 pada nira yang dimurnikan (Warsa, 2009).

Analisis Susut Pengeringan (Kadar Air) Gula Kristal Putih

Kadar air merupakan salah satu faktor penting yang mempengaruhi kualitas gula kristal putih yang dihasilkan, semakin besar penyusutan pengeringan maka kualitas gula kristal putih akan semakin baik. Daya tahan gula kristal putih akan dipengaruhi oleh kandungan air. Penurunan berat setelah pengeringan pada suhu 105o C menjadi dasar analisis susut pengeringan. Berdasarkan persyaratan SNI 3140.3.2020, yang menetapkan susut pengeringan maksimum gula kristal putih sebesar 0,1% b/b (Hartanto, 2014).

Tabel 3. % Susut Pengeringan dalam Sampel Gula Kristal Putih (GKP)

Sampel Gula Kristal Putih	Kadar Air (% b/b)	Nilai Kadar Air Maksimal SNI (% b/b)
GKP 1	0,04	0,1
GKP 2	0,03	0,1
GKP 3	0,16	0,1
GKP 4	0,05	0,1
GKP 5	0,04	0,1
GKP 6	0,05	0,1
GKP 7	0,06	0,1
GKP 8	0,03	0,1
GKP 9	0,03	0,1
GKP 10	0,04	0,1
GKP 11	0,05	0,1
GKP 12	0,11	0,1
GKP 13	0,05	0,1
GKP 14	0,05	0,1
GKP 15	0,05	0,1

Persyaratan susut pengeringan (kadar air) gula kristal putih berdasarkan SNI 3140.3 : 2020 adalah maksimal sebesar 0,1% sehingga, berdasarkan Tabel 3. yang menyatakan nilai hasil analisis susut pengeringan (kadar air) sampel gula kristal putih dapat diketahui bahwa, dari 15 sampel gula kristal putih yang telah dianalisis, ada 13 sampel yang telah memenuhi ketentuan SNI 3140.3 : 2020 dan 2 sampel melebihi batas ketentuan SNI 3140.3 : 2020 yaitu sampel GKP 3 dan GKP 12. Gula kristal putih yang memiliki nilai susut pengeringan yang tinggi akan memiliki tekstur gula yang menggumpal dan sedikit lengket jika disentuh. Jika nilai susut pengeringan gula kristal putih sudah sangat tinggi maka gula kristal putih tersebut sudah tidak layak dikonsumsi dikarenakan gula kristal putih akan cepat basi dan menimbulkan bau yang tidak sedap. Kadar air yang tinggi pada gula kristal putih akan menjadi tempat tumbuhnya mikroorganisme sehingga gula kristal putih basi. Maka dari itu jika dirasa gula kristal putih memiliki tekstur yang sudah berair sebaiknya tidak dikonsumsi apalagi diperjualbelikan.

Analisis Polarisasi Gula Kristal Putih

Kemampuan gula untuk memutar atau membengkokkan arah cahaya yang dilewatinya dikenal sebagai polarisasi gula. Pengukuran polarisasi gula sering digunakan untuk menilai kemurnian gula. Polarisasi merupakan nilai yang menyatakan kemurnian gula dengan kandungan sukrosa dari gula sebagai persentase massa. % Polarisasi gula kristal putih merupakan standar utama yang digunakan untuk menentukan kualitas gula kristal (Din & Rasool, 2015).

Tabel 4. Nilai Polarisasi Sampel Gula Kristal Putih (GKP)

Sampel Gula Kristal Putih	Polarisasi (°Z)	Nilai Minimal Polarisasi SNI (°Z)
GKP 1	99,57	99,5
GKP 2	99,74	99,5
GKP 3	98,74	99,5
GKP 4	99,33	99,5
GKP 5	98,88	99,5
GKP 6	99,53	99,5
GKP 7	99,47	99,5
GKP 8	99,54	99,5
GKP 9	99,42	99,5
GKP 10	99,16	99,5
GKP 11	99,20	99,5
GKP 12	99,16	99,5
GKP 13	99,12	99,5
GKP 14	99,22	99,5
GKP 15	99,63	99,5

Berdasarkan persyaratan SNI 3140.3 : 2020, nilai polarisasi gula kristal putih memiliki batas minimum sebesar 99,5 Z. Maka dari hasil analisis yang didapatkan, dari 15 sampel gula kristal putih yang dianalisis ada 6 sampel yang memenuhi persyaratan batas minimum nilai polarisasi SNI 3140.3 : 2020 yaitu sampel GKP 1, GKP 2, GKP 3, GKP 6, GKP 8 dan GKP 15 serta terdapat 9 sampel gula kristal putih lainnya yang nilai polarisasinya tidak mencapai 99,5 Z yang berarti tidak memenuhi ketentuan dari SNI 3140.3 : 2020. Nilai polarisasi yang rendah terjadi kemungkinan disebabkan oleh fluktuasi dalam pengolahan gula mentah dan kemungkinan masih terdapat pengotor dalam proses pengolahan gula kristal putih (Din & Rasool, 2015).

Analisis Kadar Pb pada Gula Kristal Putih

Analisis kadar logam timbal pada gula kristal putih dilakukan dengan preparasi sampel menggunakan metode destruksi basah. Dipilihnya metode destruksi basah karena berdasarkan penelitian dari Asmorowati *et al.*, (2020) menunjukkan hasil bahwa destruksi basah lebih efektif dari pada destruksi kering. Hal tersebut dikarenakan pada metode destruksi basah, tidak banyak mineral yang hilang akibat pemanasan yang tidak terlalu tinggi pada proses destruksi. Secara teori, destruksi basah adalah proses penghancuran bahan organik dengan asam nitrat pada suhu rendah untuk mencegah hilangnya mineral melalui penguapan (Asmorowati *et al.*, 2020).

Destruksi basah dilakukan dengan menggunakan pelarut asam berupa larutan aqua regia yang merupakan hasil penggabungan dua asam mineral: satu bagian HNO₃ pekat dan tiga bagian HCl pekat. Kekuatan oksidasi aqua regia yang kuat adalah alasan mengapa ia digunakan dalam penghancuran dalam penelitian ini. Aqua regia memiliki kemampuan untuk melarutkan hampir semua logam, bahkan logam mulia seperti Au, Pt, Pd, dan logam tahan api lainnya. Aqua regia mempunyai potensi korosif yang tinggi dan tidak stabil. Aqua regia harus segera dipakai setelah dibuat karena senyawa tersebut akan menguap atau terurai kembali menjadi campuran HNO₃ dan HCl dalam waktu yang sangat singkat. Karena nitrosil klorida, zat aktif, dan klorin hadir sebagai hasil reaksi, aqua regia memiliki kemampuan yang sangat tinggi untuk bertindak sebagai zat pengoksidasi. Reaksi antara campuran HNO₃ dan HCl pada aqua regia yaitu (Naschan *et al.*, 2017).

**Tabel 5.** Kadar Logam Timbal (Pb) pada Sampel Gula Kristal Putih

Sampel Gula Kristal Putih	Massa sampel (gram)	Intensitas	Kadar Pb (mg/kg)	Kadar maksimal Pb SNI (mg/kg)
GKP 1	1,0001	87,38058	0,122	2 mg/kg
GKP 2	1,0002	73,48775	0,094	2 mg/kg
GKP 11	1,0001	81,97781	0,105	2 mg/kg
GKP 13	1,0002	99,72976	0,128	2 mg/kg
GKP 12	1,0001	119,7972	0,154	2 mg/kg

Berdasarkan persyaratan SNI 3140.3:2020, nilai maksimum dari cemaran logam timbal pada gula kristal putih adalah 2 mg/kg. Maka dari hasil analisis yang dilakukan semua sampel lolos persyaratan SNI 3140.3:2020 dan juga dari hasil analisis maka terbukti bahwa gula kristal putih mengandung cemaran logam timbal akan tetapi kadar cemaran timbal pada sampel tidak melebihi ketentuan SNI 3140.3:2020 sehingga masih aman untuk dikonsumsi. Hal tersebut dikarenakan gula kristal putih memiliki risiko kontaminasi logam timbal yang signifikan. Karena rata-rata lebih dari 90% mesin pabrik yang digunakan di pabrik gula di Indonesia dibuat pada tahun 1800-an sehingga mesin pabrik yang digunakan sudah terlalu tua. Kontaminasi dapat terjadi akibat penggunaan infrastruktur atau peralatan yang mengandung logam berat selama pemrosesan atau pembuatan gula. Tingkat timbal yang tinggi dapat disebabkan, misalnya, oleh pipa atau peralatan yang mengandung timbal yang terbuat dari logam timbal. Selain itu, suhu tinggi yang digunakan selama proses produksi dapat meningkatkan kemungkinan kontaminasi timbal dalam bentuk ion bebas yang terlarut selama proses berlangsung dan juga kontaminasi logam timbal dapat berasal dari penggunaan air selama proses pembuatan gula kristal putih (Dewi *et al.*, 2013). Selain itu, logam timbal dapat menumpuk di tanaman, termasuk tebu yang merupakan bahan utama pembuatan gula kristal putih, akibat aktivitas industri tertentu yang mencemari udara atau tanah (Misra *et al.*, 2010).

Uji Validasi Metode ICP-OES

Linearitas

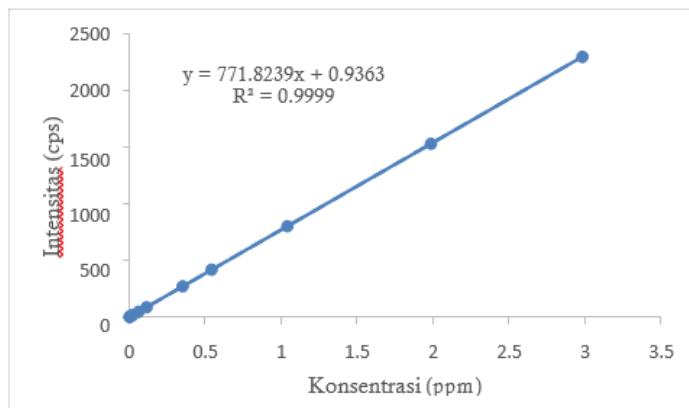
Teknik pengujian yang disebut linearitas digunakan untuk menunjukkan bahwa ada hubungan linier antara konsentrasi analit dan respon alat atau instrumen. Uji yang paling sederhana untuk dilakukan yaitu menggambarkan representasi grafis dari data kalibrasi standar dan menghubungkan garis lurus antara data yang sudah ada. Grafik tersebut memungkinkan terciptanya persamaan garis linier yang menghubungkan konsentrasi analit pada konsentrasi standar dengan respon detektor yang kemudian diukur dan dinyatakan sebagai koefisien korelasi (*r*). Metode optimal untuk menentukan linearitas adalah dengan menggunakan maksimal lima konsentrasi berbeda (Riyanto, 2014).

Tabel 6. Data Pembacaan Deret Larutan Standar Pb

Larutan standart	Konsentrasi (ppm)	Intensitas (v)
1	0,003	3,274926417
2	0,005	4,864883651
3	0,01	8,80890378
4	0,02	24,55411134
5	0,05	39,68185978
6	0,1	78,81333151
7	0,3	233,1781115
8	0,5	387,6200739
9	1	771,9883761
10	2	1544,815647

Didapatkan nilai intensitas dari deret larutan standar kemudian dibuat kurva kalibrasi larutan standar Pb. Kurva kalibrasi adalah hubungan antara respons instrumen dan sejumlah konsentrasi tertentu analit yang sudah diketahui. Dari kurva kalibrasi didapat persamaan garis yang menyatakan hubungan antara konsentrasi dan absorbansi. Kurva kalibrasi disebut juga dengan

kurva standar. Tujuan dari dibentuknya kurva kalibrasi adalah untuk menentukan konsentrasi suatu unsur dalam sampel yang tidak diketahui dengan membandingkan yang tidak diketahui kedalam seperangkat sampel standar dari konsentrasi yang telah diketahui (Nisah & Nadhifa, 2020).



Gambar 2. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Pb

Berdasarkan data yang didapat maka dapat diketahui persamaan regresi linier yang dapat dilihat pada Gambar 3. Persamaan regresi linier yang didapat adalah $y = 771,8239x + 0,9363$, dengan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9999. Syarat diterimanya nilai koefisien determinasi adalah sebesar $R^2 \geq 0,997$ (Chan *et al.*, 2004). Maka nilai koefisien determinasi yang didapat telah memenuhi persyaratan sehingga dapat dikatakan bahwa deret larutan standar menunjukkan hasil yang baik berdasarkan konsentrasi dengan intensitas yang terbaca. Hal tersebut menunjukkan bahwa metode memiliki respon yang baik terhadap sampel. Deret larutan standar menunjukkan hubungan garis yang linier karena setiap titik pada kurva mendekati garis lurus. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa ICP-OES dalam kondisi yang baik dan persamaan regresi yang dihasilkan dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi analit dalam sampel gula kristal putih.

Limit of Detection (LoD) dan Limit of Quantitation (LoQ)

Limit of Detection (LoD) adalah jumlah analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih adanya respon yang signifikan dibandingkan dengan blangko. Apabila konsentrasi analit lebih kecil daripada nilai LoD maka sinyal yang ditangkap sepenuhnya adalah *noise*. LoD merupakan parameter uji batas minimum. *Limit of Quantitation (LoQ)* adalah konsentrasi terendah dari analit yang terkandung dalam sampel yang dapat dideteksi oleh alat (Yaqin *et al.*, 2019).

Berdasarkan hasil yang didapat pada Tabel.7. menunjukkan bahwa hasil limit deteksi metode ICP- OES sebesar 0,002155 ppm dan limit kuantitasi sebesar 0,007183 ppm. Berdasarkan hasil LoD tersebut dapat diketahui bahwa metode yang digunakan mampu memberikan respon untuk analisis logam timbal dengan jumlah analit terkecil yang mampu dideteksi sebesar 0,002155 ppm, yang berarti apabila konsentrasi logam timbal dalam sampel lebih besar dari 0,002155 ppm akan masih terdeteksi, namun apabila konsentrasinya lebih kecil dari 0,002155 ppm maka yang terdeteksi tersebut diduga sebagai *noise* bukan sebagai analit. Sedangkan hasil LoQ yang didapatkan sebesar 0,007183 ppm menunjukkan bahwa batas jangkauan kerja yang diperlukan yang dicapai selama pengujian. Agar hasil pengujian tepat dan sangat akurat, maka nilai konsentrasi sampel juga harus lebih besar dari LoQ (Prihatin *et al.*, 2017).

Tabel 7. Hasil Uji Limit of Detection dan Limit of Quantitation

Konsentrasi (ppm)	Intensitas (y)	\hat{y}	$(y-\hat{y})$	$(y-\hat{y})^2$
0,003	3,274926417	3,2517717	0,023154717	0,000536141
0,005	4,864883651	4,7954195	0,069464151	0,004825268
0,01	8,80890378	8,654539	0,15436478	0,023828485
0,02	24,55411134	24,091017	0,46309434	0,214456368
0,05	39,68185978	39,527495	0,15436478	0,023828485
0,1	78,81333151	78,11869	0,69464151	0,482526827
0,3	233,1781115	232,48347	0,69464151	0,482526827
0,5	387,6200739	386,84825	0,7718239	0,595712133
1	771,9883761	772,7602	-0,7718239	0,595712133
2	1544,815647	1544,5841	0,23154717	0,053614092
3	2317,179824	2316,08	0,7718239	0,595712133
SD				0,554372
LoD				0,002155
LoQ				0,007183

Akurasi

Salah satu parameter validasi adalah pengujian akurasi, yang merupakan pengujian dengan mencari korelasi antara hasil analisis dan nilai sebenarnya. Untuk memastikan ada tidaknya kadar logam yang hilang pada saat proses penghancuran, penelitian ini menggunakan metode recovery test dalam uji akurasinya. Untuk melakukan uji akurasi, konsentrasi analit yang diketahui ditambahkan ke sampel yang akan diperiksa. Penambahan analit yang dilakukan sebelum pencernaan sampel memungkinkan penentuan mekanisme destruksi yang digunakan. Hal tersebut akan menghasilkan nilai yang konsisten, baik atau tidak (Naschan *et al.*, 2017). Pada pengujian ini digunakan spike yang berupa larutan standar Pb dengan konsentrasi 0,5 ppm; 1 ppm; dan 2 ppm yang masing-masing ditambahkan sebanyak 2 mL kedalam 3 beaker glass yang berisi sampel gula kristal putih yang sama yaitu digunakan sampel dengan kadar logam Pb terbanyak agar lebih mudah terbaca yaitu sampel GKP 12 dan didestruksi.

Tabel 8. Hasil pengujian akurasi

Sampel (g)	Spike (ppm)	Intensitas	Konsentrasi terukur (ppm)	Konsentrasi teoritis (ppm)	% Recovery
1,0001	0	119,7972	0,154	-	-
1,0002	0,5	435,4732	0,563	0,654	86,08
1,0003	1	878,5001	1,137	1,154	98,52
1,0002	2	1680,4251	2,176	2,154	101,02
Rata-rata	Recovery				95,21

Berdasarkan Tabel 8. didapatkan nilai rata-rata dari % Recovery atau uji akurasi pada metode ICP-OES dalam analisis logam Pb dalam gula kristal putih sebesar 95,21%. Data tersebut menunjukkan persentase logam Pb yang terdeteksi dan sisanya merupakan persentase yang tidak terproses pada saat destruksi, hilang pada saat destruksi atau pengenceran. Presentasi Pb yang diukur sebesar 95,21% dari seluruh logam Pb yang terkandung dalam sampel gula. Nilai % recovery yang didapat memenuhi syarat % Recovery jika persentase akurasi antara 90-110%, pendekatan tersebut dianggap valid. Sebaliknya, jika analit merupakan komponen trace analysis, maka persentasenya akurasinya sebesar $100\% \pm 20$ (80% hingga 120%), dengan kata lain, jika hasilnya mendekati 100%, keakuratan ujinya akan semakin tinggi (Prihatin *et al.*, 2017). Maka nilai akurasi pengujian ICP-OES yang didapat memenuhi telah memenuhi syarat.

Presisi

Peresi merupakan pengukuran rata-rata dari distribusi probabilitas dari sekumpulan pengukuran yang berulang (Naschan *et al.*, 2017). Pendekatan reputabilitas, yang melibatkan pengulangan prosedur dalam kondisi yang sama dengan cepat, digunakan untuk melakukan uji presisi. Kondisi yang sama dapat ditafsirkan dengan menggunakan prosedur analisis, reagen, peralatan, dan laboratorium yang sama. Karena teknik reputabilitas menggunakan lebih sedikit waktu dan memerlukan lebih sedikit pemrosesan, maka dianggap lebih efisien. Relative Standard Deviation (%RSD) adalah persentase yang menunjukkan seberapa kesalahan acak suatu pengukuran. Uji presisi digunakan untuk mengukur konsentrasi Pb pada sampel gula kristal putih sebanyak tiga kali. Konsentrasi yang diperoleh kemudian dihitung menggunakan standar deviasi dan rata-rata konsentrasi untuk mendapatkan nilai persentase RSD (Murwatiningsih *et al.*, 2015). Hasil uji presisi dapat dilihat pada Tabel 9.

Tabel 9. Hasil Uji Presisi

Pengukuran	Intensitas	Konsentrasi (ppm)	$x - \bar{x}$	$(x - x)^2$
1	119,79718	0,154	0	0
2	122,11265	0,157	0,003	0,000009
3	11,48171	0,151	-0,003	0,000009
	\bar{x}	0,154	Jumlah	0,00018
SD				0,003
%RSD				1,95

Berdasarkan hasil pengujian dan perhitungan, didapatkan nilai standar deviasi sebesar 0,003. Hasil tersebut dianggap baik karena semakin kecil nilai dari standar deviasi maka akan semakin baik. Sedangkan nilai %RSD yang didapatkan sebesar 1,95%. Hasil tersebut menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki tingkat ketelitian yang baik, karena berdasarkan standar AOAC (2002) yaitu nilai %RSD kurang dari 1 merupakan tingkat ketelitian sangat teliti, nilai %RSD antara 1-2 merupakan keteliti baik, nilai %RSD 2-5 merupakan tingkat ketelitian sedang dan nilai %RSD lebih dari 5 merupakan tingkat ketelitian rendah (Murwatiningsih *et al.*, 2015).

SIMPULAN

Kualitas (mutu) gula kristal putih yang beredar dipasaran berdasarkan analisis kualitas (mutu) dari 15 sampel gula kristal putih didapatkan hasil analisis warna larutan gula kristal putih (ICUMSA) yaitu 8 sampel gula kristal putih telah memenuhi ketentuan SNI 3140.3:2020, hasil analisis kadar belerang dioksida (SO₂) dalam gula kristal putih yaitu semua sampel yang dianalisis (15 sampel) telah memenuhi ketentuan SNI 3140.3:2020, hasil analisis susut pengeringan (kadar air) gula kristal putih yaitu 13 sampel gula kristal putih telah memenuhi ketentuan SNI 3140.3:2020, hasil analisis polarisasi gula kristal putih yaitu 6 sampel gula kristal putih telah memenuhi ketentuan SNI 3140.3:2020. Hasil analisis cemaran logam berat timbal (Pb) dengan menggunakan metode ICP-OES yang dilakukan dengan 5 sampel gula kristal putih hasilnya semua sampel memenuhi persyaratan SNI 3140.3:2020, dan pengujian logam timbal (Pb) pada gula kristal putih menggunakan ICP-OES menunjukkan hasil performa analitik yang baik yaitu didapatkan hasil koefisien linier (R²) sebesar 0,9999; hasil Limit of Detection (LoD) sebesar 0,002155 ppm; hasil Limit of Quantitation (LoQ) sebesar 0,007183 ppm; hasil akurasi yang ditunjukkan dengan nilai %recovery sebesar 95,21% dan hasil presisi yang ditunjukkan dengan nilai %RSD sebesar 1,95%.

DAFTAR PUSTAKA

- Affifah, Z., Kurniyawan, K., & Huda, T. (2019). Verifikasi metode penentuan kadar timbal (Pb) pada sampel udara ambien menggunakan inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy (ICP-OES). *Indonesian Journal of Chemical Analysis*, 2(2), 74-79. <https://doi.org/10.20885/ijca.vol2.iss2.art5>

- AOAC. (2002). AOAC Guidelines for single laboratory validation of chemical methods for dietary supplements and botanicals. *Association of Official Analytical Chemists (AOAC)*. <https://doi.org/10.1063/1.4915424>
- Asmorowati, D. S., Sumarti, S. S., & Kristanti, I. I. (2020). Perbandingan metode destruksi basah dan destruksi kering untuk analisis timbal dalam tanah di sekitar laboratorium kimia FMIPA UNNES. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 9(3), 169-173. <https://doi.org/10.15294/chemined.v11i1.50959>
- Badan Standarisasi Nasional. (2010). SNI 3140.3:2010 Gula kristal Bagian 3 : Putih. *SNI (Standar Nasional Indonesia), ICS 67.180*, 1–17.
- Chan, C. C., Lam, H., Lee, Y., & Zhang, X.-M. (2004). Analytical method validation and instrument performance verification. In *Wiley-Interscience A. Jhon Willy and Sons. Inc., Publication*. <https://doi.org/10.1002/0471463728>
- Dewi, D. C., Fauziyah, B., Suryadinata, A., Annisa, D., & Afifah, N. (2013). Optimasi metode penentuan kadar logam tembaga dan timbal dalam gula pasir secara spektrofotometri serapan atom dengan destruksi microwave digestion. *Alchemy*, 2(2), 118-125. <https://doi.org/10.18860/al.v0i0.2884>
- Din, Z., & Rasool, G. (2015). Physico-chemical analysis and polarization value estimation of raw sugar from refining point of view. *American Journal of Plant Sciences*, 06(01), 1-5. <https://doi.org/10.4236/ajps.2015.61001>
- Endah, S. R. N., & Nofriyaldi, A. (2020). Validation methods of analysis heavy metals level lead (pb) and cadmium (cd) with oxidator variations by atomic absorption spectrophotometry in herbal medicine. *Journal of Physics: Conference Series*, 1477(062010). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1477/6/062010>
- Fernando, J., & Mustafa, K. (2017). Analisa pengendalian kualitas mutu gula dengan menggunakan metode six sigma di PTPN II Pabrik Kwala Stabat. *Journal of Industrial and Manufacture Engineering*, 1(1), 28-33. <https://doi.org/10.31289/jime.v1i1.1222>
- Froes, R. E. S., Borges Neto, W., Naveira, R. L. P., Silva, N. C., Nascentes, C. C., & da Silva, J. B. B. (2009). Exploratory analysis and inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP OES) applied in the determination of metals in soft drinks. *Microchemical Journal*, 92(1), 68-72. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2008.12.008>
- Hartanto, E. S. (2014). Peningkatan mutu produk gula kristal putih melalui teknologi defekasi remelt karbonatasi. *Jurnal Standardisasi*, 16(3), 215-222. <https://doi.org/10.31153/js.v16i3.197>
- Kementerian Perindustrian Republik Indonesia. (2022). *Tekan Gap Kebutuhan Gula Konsumsi, Kemenperin: Produksi Terus Digenjot*. <https://money.kompas.com/read/2022/08/08/164500626/tekan-gap-kebutuhan-gula-konsumsi-kemenperin--produksi-terus-digenjot?-page=all>
- Mamuaja, C. F. (2016). Pengawasan mutu dan keamanan pangan. *Unsrat Press*. Manado
- Misra, P., Nath, K., & Tandon, P. K. (2010). Effect of heavy metals (Ni and Pb) stress on sugarcane (*Saccharum officinarum L.*). *Research in Environment and Life Sciences*, 3(4), 183-188.
- Murwatiningsih, E., Sunarto, W., & Susatyo, E. B. (2015). Perbandingan destruksi kering dan basah untuk analisis Pb pada sedimen Sungai Kaligelis. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 4(1), 56-61.
- Naschan, M., Tri, A., & Sumarni, W. (2017). Uji validitas analisis logam Fe dalam sedimen Sungai Kaligarang dengan FAAS dan ICP-OES. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 6(1), 11–18.
- Nisah, K., & Nadhifa, H. (2020). Analisis kadar logam Fe dan Mn pada air minum dalam kemasan (AMDK) dengan metode spektrofotometri serapan atom. *Amina*, 2(1), 6–12.
- Prihatin, A. W., Prasetya, A. T., & Sumarni, W. (2017). Validasi metode analisis Mn dalam sedimen Sungai Kaliurang dengan ICP-OES dan GFAAS. *Indonesia Journal of Chemical Science*, 6(1), 19-26.
- Purnamasari, I., Hanani, N., & Suhartini, S. (2018). Technical efficiency analysis of sugar cane farming in east java Indonesia (statistical approach of frontier production functions). *Agricultural Social Economic Journal*, 18(1), 23-29. <http://doi.org/10.21776/ub.agrise.2018.018.1.4>
- Riyanto. (2014). Validasi & verifikasi metode uji sesuai dengan ISO/IEC 17025 laboratorium pengujian dan kalibrasi. Penerbit Deepublish, Yogyakarta

- Rodrigues, R., Sperandio, L. C. C., & Andrade, C. M. G. (2018). Investigation of color and turbidity in the clarification of sugarcane juice by ozone. *Journal of Food Process Engineering*, 41(3). <https://doi.org/10.1111/jfpe.12661>
- Suandi, D. A. P., Suaniti, N. M., & Putra, A. A. B. (2017). Analisis Bilangan peroksida minyak sawit hasil gorengan tempe pada berbagai waktu pemanasan dengan titrasi iodometri. *Jurnal Kimia*, 1, 69-74. <https://doi.org/10.24843/jchem.2017.v11.i01.p11>
- Warsa, I. W. (2009). Kajian pengaruh fouling pada pemurnia nira tebu. *Jurnal Teknik Kimia*, 1(1), 22-25.
- Wibowo, Y., Purnomo, B. H., & Putriani, E. N. (2018). Manajemen risiko mutu gula kristal putih di pabrik gula Padjarakan Kabupaten Probolinggo. *Agrointek*, 12(2), 125. <https://doi.org/10.21107/agrointek.v12i2.4278>
- Widiaswanti, E. (2014). Penggunaan metode statistical quality control (SQC) untuk pengendalian kualitas produk. *Industri Inovatif Jurnal Teknik Industri* 4(2), 6-12.
- Wijaya, A. S., Ardiansyah, M. I., Wulan, D. R., & Suwito, A. (2022). Analisis variabel proses yang dipengaruhi oleh tekanan uap bekas quintuple effect system evaporator di PG Kedawoeng, Pasuruan. *Distilat: Jurnal Teknologi Separasi*, 8(1), 213-223. <https://doi.org/10.33795/distilat.v8i1.330>
- Yaqin, A. A. A., Mahatmanti, F. W., Sulistyaningsih, T., & Nurcahyo, B. (2019). Penentuan nilai LoD dan LoQ pada pengujian metanol pada miras oplosan menggunakan gas chromatography dengan variasi metode. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 8(3), 147-152.