



**ANALISIS KADAR Pb DAN Cu PADA IKAN SERTA SAUS
KEMASAN KALENG TERHADAP LAMA PENYIMPANAN**

SKRIPSI

Oleh:

Hefinda Erfiandika

101810301019

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2014



**ANALISIS KADAR Pb DAN Cu PADA IKAN SERTA SAUS
KEMASAN KALENG TERHADAP LAMA PENYIMPANAN**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

Hefinda Erfiandika

101810301019

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2014**

PERSEMBAHAN

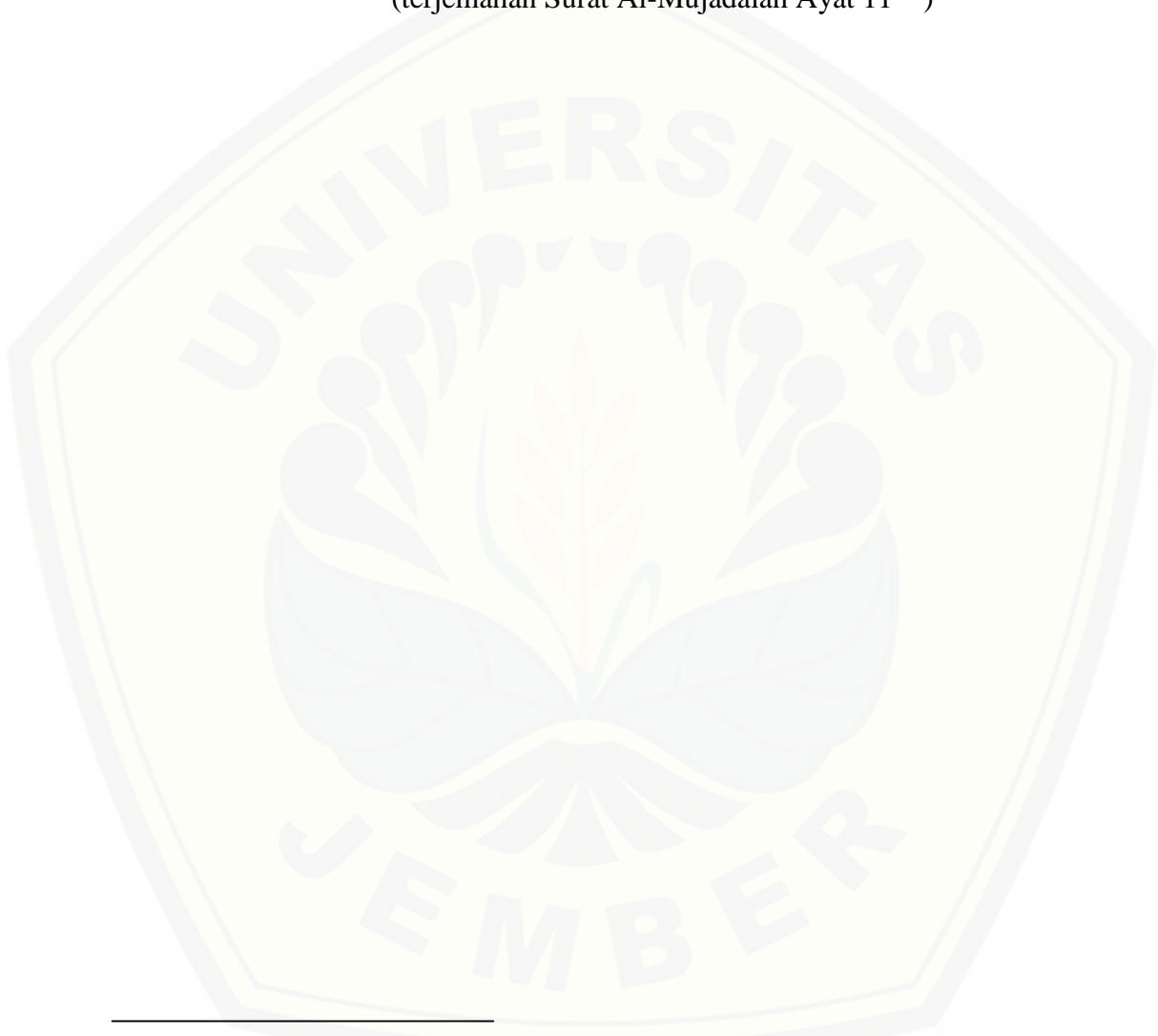
Skripsi ini saya persembahkan untuk :

1. Ibunda Siti Aminah dan Ayahanda Sunardi yang tercinta;
2. guru-guruku sejak taman kanak – kanak sampai dengan perguruan tinggi;
3. Almamater Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
4. sahabat terkasih Dicky Yanuar S, S.H.;
5. sahabat kimia “Rumpis” angkatan 2010;
6. sahabat di Jawa 2 C no 21.

MOTO

Hiduplah seakan engkau akan mati besok. Belajarlah seakan engkau akan hidup selamanya (Mahatma Gandhi*)

Allah akan meninggikan orang-orang yang beriman di antara kamu dan orang-orang yang diberi ilmu pengetahuan beberapa derajat.
(terjemahan Surat Al-Mujadalah Ayat 11**)



* Kutipan Mahatma Gandhi, Tokoh Kemerdekaan India

** Departemen Agama Republik Indonesia. 2010. *Al Qur'anul Karim: Terjemahan dan Tafsir per Kata*: Sygma Publishing

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Hefinda Erfiandika

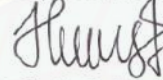
NIM : 101810301019

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa skripsi berjudul “Analisis Kadar Pb dan Cu pada Ikan Serta Saus Kemasan Kaleng Terhadap Lama Penyimpanan” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi yang disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebaik-baiknya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapatkan sanksi akademik jika ternyata dikemudian hari tidak benar.

Jember, 30 September 2014

Yang Menyatakan



Hefinda Erfiandika

NIM 101810301019

SKRIPSI

**ANALISIS KADAR Pb DAN Cu PADA IKAN SERTA SAUS
KEMASAN KALENG TERHADAP LAMA PENYIMPANAN**

Oleh

Hefinda Erfiandika

101810301019

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Asnawati, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Anggota : Dr. Anak Agung Istri Ratnadewi, S.Si.,M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Analisis Kadar Pb dan Cu Pada Ikan Serta Saus Kemasan Kaleng Terhadap Lama Penyimpanan” telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Tim Penguji

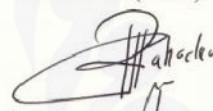
Ketua (DPU)



Asnawati, S.Si., M.Si.

NIP. 196808141999032001

Sekretaris (DPA)



Dr. A. A. I. Ratnadewi, S.Si., M.Si.

NIP. 197012251997022001

Penguji I,



Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si.

NIP. 198008302006042002

Penguji II,



Dr. Donatus Setyawan P. H., S.Si., M.Si.

NIP. 196808021994021001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Jember



Prof. Drs. Kusno, DEA., Ph.D.

NIP. 196101081986021001

RINGKASAN

Analisis Kadar Pb dan Cu Pada Ikan Serta Saus Kemasan Kaleng Terhadap Lama Penyimpanan; Hefinda Erfiandika, 101810301019; 2010; 65 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Sarden adalah salah satu produk makanan olahan ikan yang sering dikonsumsi masyarakat Indonesia. Pada proses pengalengan sarden kemungkinan tercemar logam timbal (Pb) pada proses pematrian, serta tercemar logam tembaga (Cu) oleh karena interaksi antara bahan makanan dengan bahan pembentuk kaleng. Semakin lama waktu penyimpanan sarden, dimungkinkan semakin banyak pula kandungan cemaran logam di dalamnya. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh lama penyimpanan terhadap kadar timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dalam ikan dan saus kemasan kaleng.

Preparasi sampel diawali dengan proses destruksi dengan membandingkan destruksi kering dan destruksi basah pada suatu sampel sarden. Metode yang optimum dipilih dan digunakan untuk analisis selanjutnya. Penetapan kadar dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom. Analisis kuantitatif dilakukan pada logam timbal (Pb) pada panjang gelombang 283 nm dan logam tembaga (Cu) pada panjang gelombang 324 nm.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa destruksi basah lebih optimum dalam analisis dibandingkan dengan destruksi kering, sehingga untuk sampel dengan 6, 12, 18, dan 24 bulan setelah masa penyimpanan dilakukan dengan metoda destruksi basah. Setelah dianalisis dan dihitung konsentrasi dari sampel didapatkan bahwa semakin lama waktu penyimpanan maka semakin besar kandungan logam Pb dan Cu di dalamnya. Jika dibandingkan antara ikan dan

sausnya, kandungan logam baik Pb maupun Cu lebih banyak pada sampel sausnya.

Kadar logam timbal yang baik berdasarkan aturan batasan standar badan POM pada S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 yakni 0,3 ppm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi logam (Timbal) Pb pada ikan kemasan kaleng merek A dan merek B melebihi ambang batas pada ikan maupun sausnya.

Kadar logam tembaga (Cu) yang baik berdasarkan aturan batasan standar badan POM pada S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 yakni 5 ppm. Hasil penelitian menunjukkan konsentrasi logam Cu pada sampel A tidak melebihi ambang batas. Namun pada sampel B, sampel 1 bulan pada saus dan ikan yang diuji tidak melebihi ambang batas dan sampel bulan ke 6 hingga 24 bulan pada ikan dan sausnya melebihi ambang batas BPOM.

PRAKATA

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang melimpahkan rahmat serta hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Analisis Kadar Pb dan Cu Pada Ikan Serta Saus Kemasan Kaleng Terhadap Lama Penyimpanan”. Skripsi ini disusun guna menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

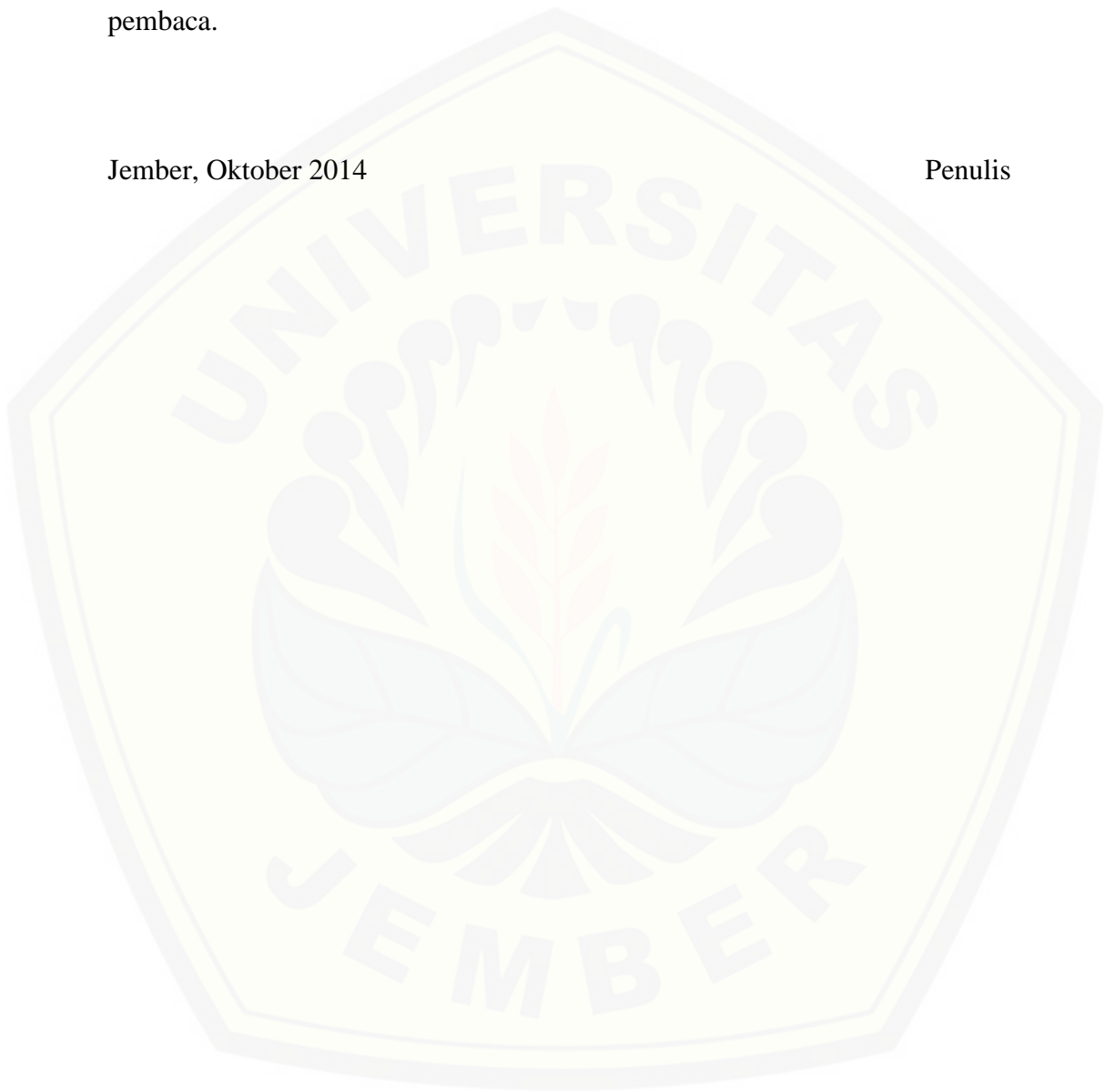
1. Prof. Drs. Kusno, DEA, Ph.D. selaku Dekan Fakultas MIPA Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. selaku ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember;
3. Ibu Asnawati, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Utama dan Ibu Dr. Anak Agung Istri Ratnadewi, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Anggota, yang telah meluangkan waktu, pikiran dan perhatiannya untuk memberikan dukungan dan pengarahan demi terselesaikannya skripsi ini;
4. Drs. Sudarko, Ph.D. selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
5. Novita Andriani, S.Si., M.Si. selaku Ketua Laboratorium Kimia Anorganik;
6. Yeni Maulidah Muflihah, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji I dan Dr. Donatus Setyawan Purwo Handoko, S.Si., M.Si. selaku Dosen Penguji II, yang telah memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
7. bapak dan ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA UNEJ yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan;

8. kedua orang tua tercinta Ibunda Siti Aminah dan Ayahanda Sunardi yang telah memberikan doa, nasehat-nasehat, dan motivasi tiada henti;

Penulis menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi semua pembaca.

Jember, Oktober 2014

Penulis



DAFTAR ISI

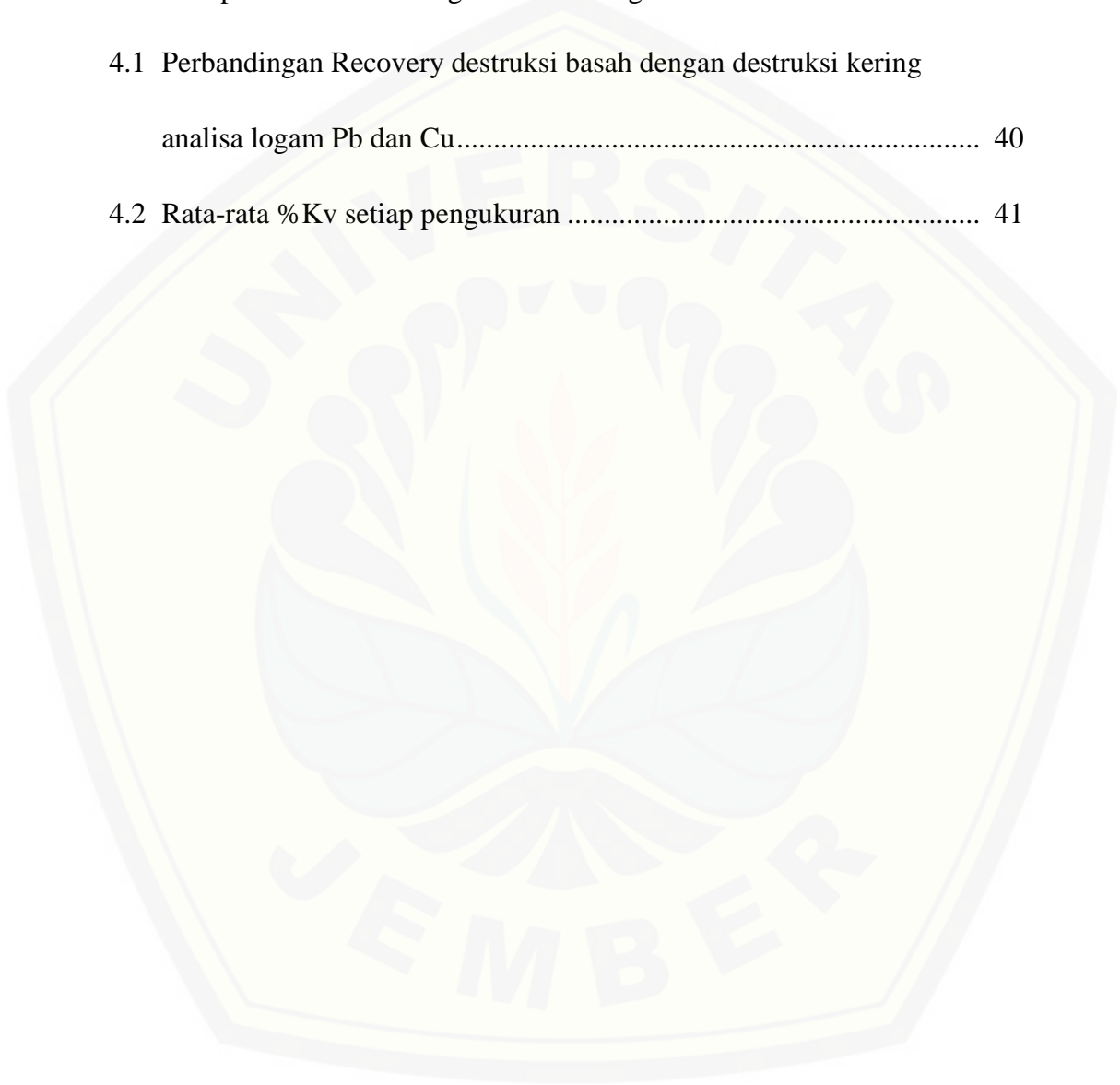
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN.....	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN.....	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI.....	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1Latar Belakang.....	1
1.2Rumusan Masalah	3
1.3Tujuan.....	3
1.4 Batasan Masalah	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5

2.1 Kemasan Kaleng	5
2.1.1 Proses Pengalengan Bahan Pangan	6
2.1.2 Kerusakan Makanan Kaleng.....	7
2.2 Ikan Dalam Kemasan Kaleng	8
2.3 Logam Berat	10
2.3.1 Timbal (Pb).....	10
2.3.2 Tembaga (Cu)	12
2.4 Spektrofotometri Serapan Atom	13
2.5 Perbandingan Metode Destruksi Kering dan Basah	15
2.6 Validasi Metode Analisis	16
2.6.1 Uji Perolehan Kembali (Recovery)	17
2.6.2 Ketelitian (Precision).....	17
BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN	18
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	18
3.2 Diagram Alir Penelitian	18
3.3 Alat dan Bahan	19
3.3.1 Alat-Alat	19
3.3.2 Bahan	19
3.4 Pengambilan Sampel	19
3.5 Preparasi Sampel	19
3.6 Pembuatan Kurva Kalibrasi	21
3.7 Pengukuran Kadar Pb dan Cu dalam sampel	21
3.9 Analisa Data	21

3.9.1 Uji Perolehan Kembali (<i>Recovery</i>).....	22
3.9.2 Ketelitian (<i>Precision</i>).....	23
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Kurva Kalibrasi Larutan Standar	24
4.2 Optimasi Metode	26
4.3 Kadar logam berat Pb dan Cu ikan dan Saus Sarden Kemasan Kaleng Berdasarkan Lama Simpan	30
4.4 Kadar Logam Pb dan Cu dalam batasan BPOM	35
4.3 Analisa Data	39
4.3.1 Recovery	39
4.3.2 Presisi.....	40
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	41
5.1 Kesimpulan	41
5.2 Saran	41
DAFTAR PUSTAKA	43
LAMPIRAN – LAMPIRAN	46

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi Kimia Berbagai Jenis Kaleng	6
4.1 Perbandingan Recovery destruksi basah dengan destruksi kering analisa logam Pb dan Cu.....	40
4.2 Rata-rata %Kv setiap pengukuran	41



DAFTAR GAMBAR

	Halaman
3.1 Diagram Alir	17
4.1 Kurva Standar Timbal (Pb).....	25
4.2 Kurva Standar Tembaga(Cu).....	26
4.3 Perbandingan Kandungan Logam Cu dan Pb pada Ikan serta Saus Menggunakan Metode Destruksi Kering dan Destruksi Basah	28
4.4 Kadar Logam Pb pada ikan dan saus merek A	31
4.5 Kadar logam Pb pada ikan dan saus merek B.....	32
4.6 Kadar Logam Cu pada iakan dan saus merek A.....	33
4.7 Kadar Logam Cu pada ikan dan saus merek B.....	34
4.8 Perbandingan kadar logam Pb merek A dan B	35
4.9 Perbandingan Kadar Logam Cu merek A dan B	37

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
A. Data Hasil Pengukuran	45
A1. Pengukuran Larutan Standar Cu.....	45
A2. Pengukuran konsentrasi Cu sampel 6 bulan dengan destruksi kering dan basah	45
A3. Recovery pengukuran konsentrasi Cu sampel 6 bulan dengan destruksi kering dan basah	46
A4. Pengukuran Konsentrasi Cu sarden Merk A	48
A5. Pengukuran Konsentrasi Cu sarden merk B	49
A6. Pengukuran Larutan Standar Pb	50
A7. Pengukuran konsentrasi Pb sampel 6 bulan dengan destruksi kering dan basah	50
A8. Recovery pengukuran konsentrasi Pb sampel 6 bulan dengan destruksi kering dan basah	51
A9. Pengukuran Konsentrasi Pb sarden Merk A.....	53
A10. Pengukuran Konsentrasi Pb sarden merk B	54
B. Contoh Perhitungan Pengenceran dan Pembuatan Larutan	55
C. Contoh Perhitungan Konsentrasi logam	62
D. Contoh Perhitungan % Recovery.....	66
F. Contoh Perhitungan % Kv	67

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan dasar manusia terdiri dari kebutuhan primer, sekunder dan tersier. Kebutuhan yang terpenting untuk kelangsungan hidup manusia adalah kebutuhan primer, salah satunya yakni kebutuhan akan pangan. Sarden merupakan salah satu masakan berbahan dasar ikan dengan bumbu rempah-rempah dengan berbagai jenis rasa seperti tomat, pedas dan ekstra pedas. Sarden memiliki banyak gizi yang selayaknya sangat baik dikonsumsi. Produk olahan sarden dengan berbagai merk banyak beredar di masyarakat. Kaleng dipilih sebagai kemasan karena sifatnya yang kedap udara, mudah dibentuk-bentuk, dan tidak akan mudah pecah. Berdasarkan keunggulan di atas, kaleng telah dipergunakan sebagai pengemas produk baik makanan maupun minuman sejak berabad lalu.

Proses produksi makanan pada umumnya dapat menyebabkan penurunan mutu kualitas makanan dan minuman, beberapa diantaranya adalah kualitas makanan yang dikalengkan. Beberapa penelitian menunjukkan beberapa ikan kaleng produksi Indonesia maupun luar negeri tercemar logam berat. Penelitian Tehebijuluw *et al* (2003) menyebutkan bahwa ikan kaleng tercemar logam timbal (Pb) dan tembaga (Cu). Penelitian lain menyebutkan ikan logam tercemar logam Pb dan Cd (Samosir, 2011). Penelitian ikan kaleng di negara lain menunjukkan adanya cemaran logam yakni Fe, Zn, Cu, Sn dan Mn (Tarley, 2001) serta cemaran logam Fe, Zn, Cu, Sn dan Mn (Mol, 2011). Penelitian makanan kaleng lain yakni pada sosis dan buah Leci kaleng tercemar logam timbal (Pb) (Dewi, 2012). Konsentrasi logam yang ditemukan melebihi ambang batas seperti Fe, Zn, Cu dan Sn serta di bawah ambang batas seperti Pb dan Cd.

Menurut Darmono (1995), logam timbal biasanya digunakan sebagai logam campuran dalam pematian tutup makanan kemasan kaleng. Logam

tembaga (Cu) merupakan salah satu komponen terbanyak yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan badan kaleng (Syarief *et al*, 1989). Kedua logam tersebut dapat larut dalam makanan utamanya yang asam. Hasil penelitian dari beberapa ikan kemasan kaleng di Indonesia seperti sampel dengan kode SV, positif mengandung logam berat Pb dengan kadar sebesar 0,2605 ppm dan sampel yang sama juga mengandung logam Cd mengandung kadar 0,1004 ppm (Samosir, 2011). Penelitian Tehebijuluw (2013) menunjukkan beberapa sampel ikan kaleng salah satunya adalah sampel dengan kode NF positif tercemar logam Cu dan Cd masing-masing sebesar 0,0448 ppm sampel dan 4,6130 ppm (Tehebijuluw *et al.*, 2013).

Pengujian kadar logam penelitian di atas hanya menggunakan sampel ikan. Saus tomat yang digunakan dalam sarden mengandung vitamin C (asam askorbat). Menurut Sari (2012), penjualan sarden dengan saus tomat lebih banyak dibandingkan sarden dengan jenis saus lainnya. Saus tomat memiliki kandungan asam askorbat yang berasal dari buah tomat. Adanya asam askorbat yang banyak di dalam saus mengakibatkan semakin banyak H^+ untuk mengoksidasi logam dari bagian kaleng. Oleh karena itu dilakukan analisis sarden menggunakan saus tomat.

Data dari Badan Standarisasi Nasional yang mengacu pada S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 mengenai batas maksimum cemaran logam dalam makanan menetapkan batas maksimum cemaran logam untuk Pb adalah 0,3 ppm dan 5 ppm untuk Cu. Menurut Julianti (2006) lama penyimpanan dapat mempengaruhi terjadinya korosi pada kaleng bagian dalam. Hal tersebut dapat diakibatkan pematrian tutup kaleng dengan badan kaleng yang menggunakan logam timbal (Pb) serta interaksi bahan makanan dengan logam pembentuk kaleng. Korosi dan kelarutan logam pada badan kaleng dalam makanan utamanya yang asam dapat mempengaruhi kualitas makanan.

Berdasarkan hasil penelitian di atas menunjukkan kadar logam terlarut di dalamnya belum melebihi ambang batas pada pengukuran sarden acak tanpa

memperhatikan waktu penyimpanan. Tahapan-tahapan metode dapat dipergunakan untuk menetapkan kadar tembaga dan timbal yakni metode destruksi serta metode spektrofotometri serapan atom (AAS). Penggunaan AAS memiliki kepekaan yang tinggi (batas deteksi kurang dari 1 ppm) (Rohman, 2007). Oleh karenanya akan dilakukan penelitian mengenai pengaruh lama penyimpanan terhadap kandungan logam pada ikan serta saus di dalamnya dalam 2 merk sarden produksi Banyuwangi dengan metoda destruksi dan pengukurannya menggunakan spektrofotometri serapan atom (AAS).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan penjelasan di atas, maka dalam penelitian ini rumusan masalah yang digunakan adalah:

1. Bagaimana pengaruh dari lama penyimpanan sarden kemasan kaleng terhadap banyaknya kandungan logam Pb dan Cu ikan serta saus di dalamnya?
2. Bagaimana hasil analisa kandungan logam Pb dan Cu yang diperoleh jika dibandingkan dengan standar badan POM pada S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89?

1.3 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh dari lama penyimpanan sarden kemasan kaleng terhadap besarnya kandungan logam Pb dan Cu dalam ikan serta saus di dalamnya.
2. Mengetahui kandungan logam Pb dan Cu yang diperoleh jika dibandingkan dengan standar badan POM pada S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89.

1.4 Batasan masalah

Batasan masalah dalam penelitian ini adalah :

1. Ikan kaleng dipilih jenis sarden dengan produk Banyuwangi.
2. Ikan sarden kaleng dipilih yang menggunakan saus tomat.
3. Ikan sarden kaleng dipilih periode 1, 6, 12, 18, dan 24 bulan setelah masa produksi.

1.5 Manfaat penelitian

Manfaat dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai pengaruh dari lama penyimpanan sarden kemasan kaleng terhadap besarnya kandungan logam Pb dan Cu ikan serta saus di dalamnya. Serta mengetahui perbandingan kadar logam hasil analisa dengan batasan BPOM.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kemasan Kaleng

Kaleng adalah lembaran baja yang disalut timah (Sn) atau beberapa wadah yang dibuat dari baja dan dilapisi timah putih tipis dengan kadar tidak lebih dari 1,00-1,25% dari berat kaleng itu sendiri. Pengertian dari baja adalah logam *alloy* yang komponen utamanya adalah besi (Fe), dengan karbon sebagai material pembuat *alloy* utama. Kelebihan menonjol dari kemasan kaleng adalah bisa dilakukannya proses sterilisasi, sehingga makanan yang disimpan di dalamnya menjadi steril, tidak mudah rusak dan awet (Anonim, 2013).

Secara umum proses pembuatan kaleng terdiri dari *printing/coating*, *slitting/shearing*, *pressing* dan *assembly*. *Printing* dilakukan dengan tujuan untuk pembuatan dekorasi dan melindungi kaleng dari karat atau untuk mencegah reaksi antara *tin plate* dengan bahan yang dikemas. *Slitting/ shearing* adalah proses memotong *tin plate* menjadi *body blank* atau strip yang digunakan untuk pembuatan komponen-komponen kaleng sesuai kebutuhan. *Pressing* adalah proses pembuatan komponen-komponen kaleng seperti tutup atas/bawah atau badan kaleng pada *two pieces*. Proses *pressing* dibuat agar kedap udara (Julianti, 2006).

Assembly adalah proses menyatukan badan dan tutup kaleng dengan menggunakan mesin-mesin *soudronic*, *soldering* atau mesin lain. Pembuatan kemasan kaleng dilakukan dengan menyambung lembaran plat timah hingga membentuk kaleng. Proses penyambungan dilakukan dengan cara *soldering* (patri), *cementing* dan *welding*. *Soldering* adalah cara perekatan dengan panas pada *tin plate* dengan *metallic boundary agent* dengan menggunakan fluks pada suhu 45°C. *Cementing* adalah perekatan dengan menggunakan bahan perekat berupa poliamida dan polyester (Julianti, 2006).

Pematrian ialah suatu penyambungan bahan logam di bawah pengaruh penyaluran panas dengan pertolongan imbuhan logam atau campuran logam yang mudah melebur (patri) yang titik leburnya berada di bawah titik lebur bahan dasar yang akan disambungkan (Tim Fakultas Teknik, 2004).

Komposisi kimia dari beberapa jenis kaleng dapat di lihat ditabel 2.1.

Tabel 2.1 Komposisi kimia beberapa jenis kaleng

Unsur Kimia	Jenis Kaleng (gram)				
	Tipe L	Tipe MS	Tipe MR	Tipe MC	Bir
Karbon	0,05-0,12	0,05-0,12	0,05-0,12	0,05-0,12	0,15
Mangan	0,25-0,60	0,25-0,60	0,25-0,60	0,25-0,60	0,25-0,70
Belerang	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
Pospor	0,015	0,015	0,020	0,07-0,11	0,1-0,15
Silikon	0,010	0,010	0,010	0,010	0,010
Tembaga	0,06	0,1-0,2	0,2	0,2	0,2
Nikel	0,04	0,04	-	-	-
Khromium	0,06	0,06	-	-	-
Molibdenum	0,05	0,05	-	-	-
Arsen	0,02	0,02	-	-	-

(Syarif *et al.*, 1989).

2.1.1 Proses Pengalengan Bahan Pangan

Menurut Julianti (2013), Proses pengalengan makanan secara garis besar meliputi operasi-operasi sebagai berikut:

- a. Pembersihan dan persiapan bahan-bahan baku.
- b. *Bleaching*, dengan cara mencelup di dalam air mendidih atau menggunakan uap panas yang bertujuan untuk menginaktifkan enzim, menghilangkan gelembung-gelembung udara yang terperangkap di dalam bahan pangan sehingga memudahkan dalam proses pengisian dan memudahkan dalam proses sterilisasi.

- c. Pengisian dan *exhausting*. Kaleng terbuka yang bersih diisi dengan bahan pangan secara otomatis. Sayuran yang dikalengkan harus ditambahkan cairan pengisi berupa sirup gula. Cairan ditambahkan sampai 1 cm dari bagian atas kaleng. Kaleng dipindahkan setelah pengisian ke kotak pengeluaran gas (*exhaust box*), sehingga di dalam kaleng akan terbentuk keadaan yang vakum.
- d. Penutupan dan sterilisasi.

2.1.2 Kerusakan Makanan Dalam Kaleng

Kerusakan yang dapat terjadi pada bahan pangan yang dikemas dengan kemasan kaleng terutama adalah kerusakan kimia, meski demikian kerusakan biologis juga bisa dapat terjadi. Kerusakan kimia yang paling banyak terjadi pada makanan yang dikemas dalam kemasan kaleng adalah *hydrogen swell*. Kerusakan lainnya adalah interaksi bahan pembuat kaleng, yakni beberapa logam berat dengan makanan yang dapat mengakibatkan perubahan yang tidak diinginkan, kerusakan mikrobiologis dan perkaratan (korosi) (Julianti, 2006).

Perkaratan adalah pembentukan lapisan dari peroksida yang bewarna merah coklat sebagai hasil proses korosi produk pada permukaan dalam kaleng. Menurut Julianti (2006), beberapa faktor yang mempengaruhi terjadinya korosi pada kaleng adalah:

- a. Sifat bahan Pangan
- b. Adanya faktor-faktor pemicu, misalnya nitrat, belerang dan zat warna antosianin.
- c. Banyaknya sisa oksigen dalam bahan pangan khususnya pada bagian atas kaleng (*head space*), yang sangat ditentukan pada saat proses *bleansing*, pengisian dan *exhausting*.
- d. Faktor yang berasal dari bahan kemasan, jenis, serta komposisinya, dan lain-lain.
- e. Suhu dan waktu penyimpanan, serta kebersihan ruang penyimpanan.

Pengemasan ikan sarden dalam minyak ataupun saus biasanya dengan kemasan alumunium, maka pH tidak boleh lebih dari 3, karena apabila lebih besar, lapisan enamel di dalamnya tidak akan bisa melindungi produk.

2.2 Ikan Dalam Kemasan Kaleng

Sarden adalah ikan laut yang terdiri dari beberapa spesies dari famili *Clupeidae*. Ikan ini sangat cocok dihidangkan dengan saus cabai ataupun saus tomat. Ikan ini biasanya dihidangkan secara praktis dalam kemasan kaleng dengan jenis bumbu tomat yang berbeda, baik dari bumbu saus tomat maupun saus cabe. Tidak hanya ikan sarden, beberapa ikan jenis lainnya juga bisa dihidangkan secara instan dalam kemasan kaleng, sehingga ikan lebih awet dan konsumsinya juga praktis (Jacky, 2013).

Olahan sarden memang kerap kali dijadikan solusi sebagian orang yang malas memasak ikan segar. Selain rasanya yang gurih dan enak kemudahan pengolahan yang ditawarkan membuat sarden semakin populer dikalangan masyarakat. Berbagai olahan juga mungkin dibuat dari olahan ikan yang dikemas kaleng, mulai dari tumis, sayuran hijau dan lain sebagainya (Jacky, 2013).

Tahapan pembuatan ikan kaleng yakni:

- a. Pengadaan bahan baku ikan segar. Ikan yang akan dijadikan sarden biasanya didapat dari nelayan ikan. Ikan yang dijadikan sarden bisanya didapat dari nelayan ikan. Ikan yang digunakan sebagai bahan baku umumnya tergolong ikan pelgis ukuran kecil yang hidup bergerombol seperti ikan Lemuru, ikan Sardin, ikan Tamban, ikan Balo, ikan Layang.
- b. Pengguntingan (*cutting*). Bahan baku ikan segar yang sudah dibeli pabrik akan langsung diproses. Tahapan pertama disebut dengan pengguntingan (*Cutting*) alat yang digunakan adalah gunting besi. Ikan digunting pada

bagian *pre dorsal* (dekat dengan kepala) kebawah kemudian sedikit ditarik untuk mengeluarkan isi perut.

- c. Pengisian (*filling*). Ikan yang keluar dari mesin rotary ditampung dalam keranjang plastik, lalu dibawa ke meja pengisian untuk diisikan ke dalam kaleng. Di atas meja pengisian terdapat pipa air yang digunakan untuk melakukan pencucian ulang sebelum ikan diisikan ke dalam kaleng.
- d. Pemasakan Awal (*pree cooking*). Ikan dimasukkan ke dalam *exhaust box* yang panjangnya 12 m, di dalam *exhaust box* ikan dimasak dengan menggunakan uap panas yang dihasilkan oleh boiler. Setelah proses pemasakan selesai produk keluar dari *exhaust box* dilanjutkan dengan tahapan selanjutnya yaitu penirisan (*decanting*).
- e. Penghampaan (*exhausting*). Penghampaan dilakukan dengan menambahkan medium pengalengan berupa saos cabai atau saos tomat dan minyak sayur (*vegetable oil*). Suhu saos dan minyak sayur yang digunakan adalah 80⁰C. Pengisian saos dilakukan secara mekanis dengan menggunakan filter.
- f. Penutupan wadah kaleng (*seamin*). Penutupan wadah kaleng dilakukan dengan menggunakan *double seamer machine*.
- g. Sterilisasi (*processing*). Sterilisasi dilakukan dengan menggunakan *retort*. Sterilisasi dilakukan tidak hanya bertujuan untuk menghancurkan mikroba pembusuk patogen, tetapi berguna untuk membuat produk menjadi cukup masak, yaitu dilihat dari penampilan, tekstur dan cita rasanya sesuai dengan yang diinginkan.
- h. Pendinginan dan pengepakan. Ikan kalengan yang sudah disterilisasi dikeluarkan dari dalam *retort*, kemudian diangkat dengan katrol untuk didinginkan dalam bak pendinginan bervolume 16,5 m³ yang diisi dengan air yang mengalir. Pendinginan dilakukan selama 15 menit. Produk setelah didinginkan diistirahatkan terlebih dahulu ditempat pengistirahatan (*rested area*) untuk menunggu giliran pengepakan (*packing*) (Jacky, 2013).

2.3 Logam Berat

Logam berat adalah logam yang memiliki massa jenis lebih besar 5 gr/cm^3 (Dufus, 1980). Keberadaan logam berat dalam lingkungan hidup berkaitan dengan pencemaran lingkungan yang menjadi perhatian dasar serius. Lima alasan yang merupakan acuan mengapa logam berat menjadi perhatian

- a. Unsur tersebut relatif banyak didapatkan dikerak bumi.
- b. Dieksplorasi dan digunakan untuk keperluan tertentu dalam kehidupan manusia.
- c. Banyak digunakan dalam kehidupan sehingga banyak terjadi kontak langsung dengan manusia
- d. Bersifat racun terhadap makhluk hidup.
- e. Memberikan efek perusakan pada siklus jaring-jaring makanan dan energi secara biogeokimia (Wahyu, 2006).

Toksisitas logam pada manusia menyebabkan beberapa akibat negatif, tetapi yang utama adalah timbulnya kerusakan jaringan akibat negatif, tetapi yang utama adalah timbulnya kerusakan jaringan, terutama jaringan detoksifikasi dan ekskresi (hati dan ginjal). Daya toksisitas logam dipengaruhi oleh beberapa hal yaitu kadar logam yang termakan, lamanya mengkonsumsi, umur, spesies, jenis kelamin, kebiasaan makan tertentu, kondisi fisik dan kemampuan jaringan tubuh untuk mengakumulasi logam (Connel dan Miller, 1996).

2.3.1 Timbal (Pb)

Timah atau timah hitam (Pb) merupakan logam berat yang terdapat secara alami di dalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami maupun buatan. Apabila timbal terhirup ataupun tertelan oleh manusia, akan beredar mengikuti aliran darah, diserap kembali di dalam ginjal dan otak, serta disimpan di dalam tulang dan gigi. Manusia terkontaminasi timbal melalui udara, debu, air dan makanan (Darmono, 1995).

a. Sifat Fisika dan Kimia Timbal

Timbal adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Pb dan memiliki nomor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa latin yakni *Plumbum*. Logam ini termasuk ke dalam kelompok logam-logam golongan IVA pada tabel periodik unsur kimia, memiliki massa jenis $11,34/\text{cm}^3$, titik lebur $327,46\text{ }^\circ\text{C}$, dan titik didih $1749\text{ }^\circ\text{C}$ (MSDS, 2014).

Timbal merupakan salah satu logam berat yang menjadi isu global berkaitan dengan pencemaran lingkungan. Berdasarkan konfigurasi elektronnya, timbal termasuk blok P dalam sistem periodik unsur terletak pada golongan IV-A periode 6. Terdapat lebih dari 200 macam mineral yang merupakan sumber timbal yang potensial yaitu galena (PbS), Cerrusite (PbCO_3) dan anglesite (PbSO_4) (Palar, 2008).

b. Keracunan Timbal

Ukuran keracunan suatu zat ditentukan oleh kadar dan lamanya paparan. Keracunan dibedakan menjadi keracunan akut dan keracunan kronis. Keracunan yang disebabkan oleh timbal dalam tubuh mempengaruhi berbagai jaringan dan organ tubuh. Organ-organ tubuh yang menjadi sasaran dari keracunan timbal adalah sistem peredaran darah, sistem syaraf, sistem urinaria, sistem reproduksi, sistem endokrin, dan jantung (Darmono, 2001).

Timbal yang masuk ke dalam jaringan tubuh makhluk hidup erat kaitannya dengan keberadaan timbal dalam lingkungan ataupun dari makanan yang dikonsumsi. Masuknya timbal ke dalam jaringan tubuh makhluk hidup akan mengikuti siklus biogeokimia. Siklus ini memberikan gambaran alur perpindahan timbal dari lingkungan ke dalam tubuh makhluk hidup melalui proses biologi, geologi dan kimia secara sinergis baik melalui jaring-jaring makanan maupun melalui absorpsi pada permukaan tubuh makhluk hidup (Sulistisia, 1995).

Bagi kebanyakan orang, sumber utama asupan timbal adalah makanan yang biasanya mengandung $100\text{-}300\text{ }\mu\text{g/ hari}$. Hasil penelitian *The national Food*

Processors Association mengungkapkan bahwa kehadiran keberadaan timbal merupakan sumber kontaminasi di dalam produk makanan atau minuman yang dikalengkan. Keberadaan partikel Pb ini dapat berasal dari kaleng yang dilakukan pematrian pada proses penyambungan antara kedua bagian sisi *tin plate* untuk membentuk kaleng atau antara badan kaleng dan tutupnya yang dipatri.

Efek Pb terhadap kesehatan terutama terhadap sistem *haemotopoetic* (sistem pembentukan darah), adalah menghambat sintesis hemoglobin dan memperpendek umur sel darah merah sehingga akan menyebabkan anemia. Pb juga dapat menyebabkan metabolisme Fe dan sintesis globin dalam sel darah merah serta menghambat aktivitas berbagai enzim yang diperlukan untuk sintesis heme (Darmono, 1995).

Efek logam timbal pada anak-anak dapat mengakibatkan gangguan belajar, gangguan pendengaran, sakit kepala, anemia, gangguan sistem syaraf ataupun dapat menyebabkan kematian, sedangkan pada orang dewasa dapat mempengaruhi perkembangan sel darah, mempengaruhi fungsi dari kemampuan darah untuk membentuk hemoglobin. Pb juga dapat menyebabkan penyakit ginjal kronis, serta gangguan sistem reproduksi (Shannon, 1998).

2.3.2 Tembaga (Cu)

Tembaga dalam bahasa ilmiahnya dinamakan *cuprum* dan logam ini diberi simbol Cu. Unsur ini berbentuk kristal dengan warna kemerahan. *Cuprum* adalah logam yang memiliki nomer atom 29, massa atom relatif 63,546. Dalam sistem periodik unsur (SPU), tembaga (Cu) terletak pada golongan IB periode 4.

Sebagai logam berat, Cu berbeda dengan logam-logam berat lain seperti Hg, Cd, dan Cr karena logam berat Cu digolongkan ke dalam logam berat esensial. Unsur logam ini dibutuhkan tubuh dalam jumlah yang sedikit, seperti besi (Fe), dan lainnya. Namun bila logam-logam esensial tersebut masuk ke dalam tubuh organisme dalam jumlah yang besar atau melebihi nilai toleransi

organisme terkait maka toksisitas yang dimiliki oleh Cu mulai akan bekerja dan memperlihatkan pengaruhnya (Connel dan Miller, 1995).

Logam Cu dibutuhkan manusia sebagai kompleks Cu-protein yang mempunyai fungsi tertentu dalam pembentukan hemoglobin, kolagen, pembuluh darah dan myelin otak. Disamping itu Cu juga terlibat dalam proses pembentukan energi untuk metabolisme serta dalam aktivitas tirosin, namun demikian, meski sangat dibutuhkan, logam Cu akan berbalik menjadi bahan racun untuk manusia bila masuk dalam jumlah berlebihan (Sahala dan Stewart, 1984). Tembaga merupakan satu unsur yang penting dan berguna untuk metabolisme. Jumlah kecil Cu diperlukan untuk pembentukan sel-sel darah merah (Darmono, 2001).

Gejala yang timbul pada keracunan Cu akut adalah mual, muntah-muntah, diare, sakit perut, hemolisis darah, kejang, dan akhirnya mati. Pada keracunan kronis, Cu tertimbun dalam hati dan menyebabkan hemolisis (Darmono, 1995).

Tembaga yang digunakan dalam pabrik biasanya berupa senyawa organik dan anorganik. Logam ini banyak digunakan pada pabrik yang memproduksi alat-alat listrik, gelas, dan zat warna yang biasanya bercampur dengan logam lain seperti alloy, sedangkan garam tembaga banyak digunakan dalam bidang pertanian (Darmono, 1995).

2.4 Spektrofotometri Serapan Atom

Spektroskopi adalah studi interaksi antara materi dengan radiasi gelombang elektromagnetik. Interaksi antara materi dengan gelombang elektromagnetik dapat menghasilkan spektra absorpsi, emisi dan refleksi. Secara garis besar spektroskopi dapat dibagi menjadi dua, yakni spektroskopi atom dan spektroskopi molekul. Analisis spektroskopi serapan atom merupakan bagian dari spektroskopi serapan molekul. Analisis ini didasarkan pada penyerapan energi gelombang elektromagnetik pada daerah panjang gelombang tertentu oleh atom-atom netral pada keadaan dasarnya. Setiap atom memiliki konfigurasi elektron

yang khas yang merupakan karakteristik dari atom tersebut. Bila suatu atom berinteraksi dengan radiasi gelombang elektromagnetik, maka sebagian energi gelombang elektromagnetik akan diserap oleh atom. Energi yang diserap atom hanyalah energi yang sesuai dengan dengan energi eksitasi dari elektron valensi yang dimiliki atom tersebut. Setiap atom sesuai dengan konfigurasi elektronnya memiliki spektra absorpsi pada panjang gelombang tertentu (Khopkar, 1990).

Cara kerja spektrofotometer serapan atom adalah berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam di dalamnya menjadi atom bebas. Atom tersebut mengabsorpsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya (Hendayana, 1994).

Berdasarkan tingkat energi atom, proses serapan dan pancaran energi mengalami beberapa tahapan, yaitu :

- a. Penguapan pelarut, sehingga terjadi partikel-partikel garam padat halus.



- b. Partikel garam padat halus pada suhu tinggi mengalami sublimasi sehingga didapatkan garam dalam wujud gas



- c. Partikel garam dalam wujud gas selanjutnya mengalami atomisasi sehingga didapatkan atom-atom netral



Atom-atom dari unsur logam dapat mengabsorpsi sinar dengan panjang gelombang tertentu yang berasal dari sumber cahaya lampu katoda (*Hollow Cathode*). Besarnya absorpsi sinar sebanding dengan konsentrasi atom-atom logam yang terdapat dalam nyala. Hubungan absorpsi sinar dengan konsentrasi secara matematik dinyatakan dengan hukum Lambert Beer sebagai berikut:

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

dimana,

- A = Absorban
- a = Absorbsivitas molar
- b = Panjang Nyala
- c = Konsentrasi (Larutan Molar) (Hendayana, 1994).

Penetapan kadar suatu sampel dapat dilakukan dengan menggunakan kurva kalibrasi. Kurva ini dibuat dari larutan standar dengan berbagai konsentrasi yang diketahui dan diukur absorbannya. Sampel diukur pada kondisi yang sama dengan larutan standarnya. Plot antara konsentrasi dengan absorban larutan standar dapat menghasilkan persamaan garis linier, dengan rumus

$$Y = bX + a$$

dimana,

- Y = absorban
- b = Kemiringan
- X = Konsentrasi
- a = Intersep

Hubungan antara absorban dengan konsentrasi larutan standar merupakan garis lurus. Konsentrasi larutan sampel dapat ditentukan mensubstitusikan harga absorban sampel pada persamaan garis regresi linier (Miller dan Miller, 1991).

2.5 Perbandingan Metode Destruksi Kering dan Destruksi Basah

Penanganan sampel yang berwujud padat dalam analisis secara SSA (Spektrofotometer Serapan Atom) diawali dengan proses destruksi. Proses ini merupakan cara untuk memperoleh larutan jernih dengan zat pendestruksi. Pendestruksi yang umum dipakai untuk menghilangkan senyawa organik dan sekaligus untuk melepaskan unsur yang akan dianalisis dari ikatan senyawa biologis adalah asam kuat pekat. Misalnya Asam nitrat pekat (HNO_3 P.a.) (Hendayana, 1994).

Makhluk hidup yang dijadikan sampel mengandung logam berat yang berbentuk senyawa organologam ataupun terikat pada senyawa organik. Destruksi sendiri merupakan suatu cara untuk melepaskan ikatan antara logam berat dengan senyawa organik. Destruksi sampel bertujuan untuk memperoleh larutan sampel yang jernih dan tidak ada ikatan antara logam berat dengan senyawanya. Destruksi sampel dapat dilakukan melalui dua cara, yaitu destruksi basah dan destruksi kering (Darmono, 1995).

Destruksi basah merupakan salah satu cara untuk memperoleh larutan yang jernih dengan menggunakan larutan pendestruksi. Destruktor yang umumnya digunakan adalah asam kuat pekat baik tunggal maupun campuran (Zaenuddin, *et al.*, 1998).

Destruksi kering dilakukan melalui pemanasan yang tinggi untuk menghilangkan senyawa organik yang terdapat dalam sampel sehingga sampel akan berubah menjadi abu. Tingginya temperatur bergantung pada titik lebur dari unsur yang diteliti sebab pemanasan/Pengabuan yang dilakukan dalam temperatur yang lebih tinggi dari titik leburnya, maka selain senyawa organik bebas maka unsur yang akan diteliti juga akan menguap (Van Loon, 1985).

2.6 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penelitian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut telah memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode analisis diuraikan dan didefinisikan sebagaimana cara penentuannya (Harmita, 2004).

2.6.1 Uji Perolehan Kembali

Uji Perolehan kembali atau test recovery dapat dinyatakan sebagai persen perolehan kembali analit yang ditambahkan dalam sampel. Uji perolehan kembali dapat ditentukan dengan rumus berikut :

$$\% \text{Recovery} = \frac{C_f - C_a}{C_a^*} \times 100\%$$

Keterangan :

C_f = Konsentrasi sampel yang diperoleh setelah penambahan larutan baku

C_a = Konsentrasi sampel sebelum penambahan larutan baku

C_a^* = Konsentrasi larutan baku yang ditambahkan

(Harmita, 2004).

2.6.2 Ketelitian (*precision*)

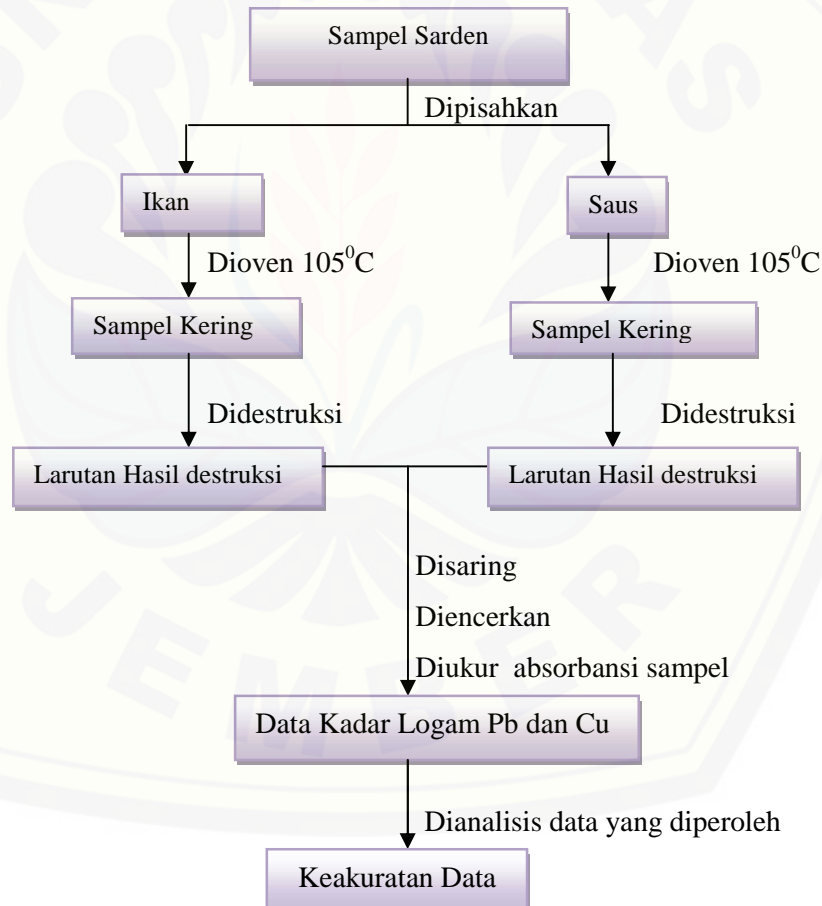
Ketelitian adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran individual dari rata-rata jika prosedur ditetapkan secara berulang-ulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen. Ketelitian diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Ketelitian dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*). Keterulangan adalah ketelitian metode jika dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi yang sama dalam interval waktu yang pendek (Harmita, 2004).

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu penelitian

Penelitian dilakukan di laboratorium Kimia Anorganik FMIPA Universitas Jember. Pengambilan sampel dari pasar maupun toko. Sampel dipilih sesuai dengan massa produksi yang ditentukan. Pelaksanaan preparasi dan penelitian dilakukan dari bulan April hingga bulan Juli 2014.

3.2 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Skema pengukuran kadar logam sarden

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat-Alat

Macam-macam alat yang digunakan dalam percobaan ini adalah spektrofotometer serapan atom, neraca analitik, labu ukur, gelas beaker, corong, pipet volume, pipet Mohr, pipet tetes, gelas arloji, pengaduk, botol semprot, karet penghisap, oven, pemanas listrik, serta mortar.

3.3.2 Bahan-Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan kaleng jenis sarden buatan dalam negeri (sampel dipilih 1, 6, 12, 18 dan 24 bulan setelah masa produksi dan dibeli dari beberapa toko), HNO₃ p.a. E-Merck, aquades, Larutan standar Cu (E-Merck) H₂O₂ p.a, H₂SO₄ p.a, CuSO₄.5H₂O, Pb(NO₃)₂.

3.4 Pengambilan Sampel

Sampel dibeli dari beberapa toko, dengan merek A dan B dengan masa penyimpanan yang berbeda yakni 1, 6, 12, 18, dan 24 bulan dari masa produksi. Sampel terdiri dari 3 kaleng dari variasi lama penyimpanan.

3.5 Preparasi Sampel

Untuk Pengolahan sampel, digunakan 2 metode terlebih dahulu selanjutnya dipilih metode yang optimum dalam pengukuran. Pengolahan tersebut meliputi:

1. Destruksi Kering
 - a. Sampel Ikan

Sampel ikan kering ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan kedalam krus porselain ukuran 5 mL. Sampel ditetesi 0,5 mL HNO₃ 14,3 M Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam tanur pada suhu 500⁰C selama 2 jam. Setelah 2 jam

tanur dimatikan dan dibiarkan pada suhu kamar. Sampel dikeluarkan dari tanur serta dilarutkan dengan 3,5 mL HNO_3 14,3 M Selanjutnya campuran disaring dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M hingga tanda batas menggunakan labu ukur 25 mL. Setelah pengenceran, larutan siap terukur.

b. Sampel Saus

Sampel saus kering diukur sebanyak 1 gram dan dimasukkan kedalam krus porselain ukuran 5 mL. Sampel ditetesi 0,5 mL HNO_3 14,3 M Selanjutnya sampel dimasukkan kedalam pada suhu 500°C selama 2 jam. Setelah 2 jam tanur dimatikan dan dibiarkan pada suhu kamar. Sampel dikeluarkan dari tanur dan dilarutkan dengan 3,5 mL HNO_3 p.a. 14,3 M Selanjutnya campuran disaring dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 M hingga tanda batas menggunakan labu ukur 25 mL. Setelah pengenceran, larutan siap terukur.

2. Destruksi Basah

a. Sampel Ikan

Sampel kering ditimbang sebanyak 1 gram, dimasukkan dalam *beaker glass* lalu ditambahkan 10 mL HNO_3 14,3 M, 2 mL H_2SO_4 , dan 1 mL H_2O_2 didiamkan 2 malam dan dipanaskan pada suhu 135°C hingga larutan agak bersih dan bening. Larutan didinginkan kemudian disaring. Setelah disaring selanjutnya diencerkan dengan HNO_3 0,5 M hingga tanda batas menggunakan labu ukur 25 mL. Selanjutnya larutan siap terukur.

b. Sampel Saus

Sampel saus kering ditimbang sebanyak 1 gram, dimasukkan dalam *beaker glass* lalu ditambahkan 10 mL HNO_3 14,3 M dan 2 mL H_2SO_4 didiamkan 2 malam dan dipanaskan pada suhu 135°C hingga larutan agak bersih dan bening. Larutan didinginkan kemudian disaring. Setelah disaring selanjutnya diencerkan dengan HNO_3 0,5 M hingga tanda batas menggunakan labu ukur 25 mL. Selanjutnya larutan siap terukur.

3.6 Pembuatan kurva kalibrasi

Sederetan larutan standar Pb dan Cu dianalisis dengan Spektrofotometer serapan atom (SSA). Pengukuran absorbansi larutan standar timbal pada panjang gelombang 283,2 nm dengan konsentrasi larutan standar 0,05 ppm hingga 5 ppm. Kedua mengukur absorbansi dari larutan standar tembaga (Cu) pada panjang gelombang 324,3 nm dengan konsentrasi sebesar 0,001 ppm hingga 6 ppm. Pengukuran larutan standar dilakukan sebanyak 3 kali ulangan. Setelah didapat absorbansi, rata-rata hasil pengulangan masing-masing larutan standar dibuat plot grafik antara konsentrasi (ppm) dengan absorbansi.

3.7 Pengukuran Kadar Timbal(Pb) dan Tembaga(Cu) dalam Sampel

Pengukuran kadar timbal (Pb) dan tembaga (Cu) dilakukan dengan pengukuran absorbansi sampel yang telah terdestruksi. Pengukuran absorbansi timbal pada panjang gelombang 283,2 nm dan pengukuran larutan sampel Cu pada panjang gelombang 324,3 nm (Tarley, 2001). Rata-rata hasil pengukuran absorbansi masing-masing larutan standar dan larutan sampel ditabulasikan dalam tabel.

Berdasarkan konsentrasi dan absorbansi dari larutan standar, akan diperoleh persamaan $y = mx + C$ dari persamaan tersebut, disubstitusikan y sebagai absorbansi dari larutan sampel. Sehingga konsentrasi kadar akan diketahui sebagai "x".

3.8 Analisa Data

Kurva kalibrasi yang terbentuk akan mendapatkan slope $Y = mx + C$, kemudian nilai konsentrasi sampel dapat diketahui dengan memasukkan kedalam persamaan regresi linier.

$$Y = mX + C,$$

dimana;

Y = Absorbansi Sampel

m = Slope

x = Konsentrasi sampel

c = Intersep

Performa analitik dari metoda destruksi dan pengukuran menggunakan spektrofotometer serapan atom (AAS) dapat menggunakan analisa statistik yakni *Recovery* dan presisi.

3.8.1 Uji Perolehan Kembali (*Recovery*)

Recovery adalah suatu perolehan kembali yang dilakukan dengan menambahkan sejumlah kadar analit yang telah diketahui konsentrasinya kedalam matriks sampel yang akan dianalisis.

- Recovery Destruksi Kering Ikan dan Saus

Larutan standar Pb 2, 3 dan 4 ppm masing-masing 2 mL dimasukkan kedalam setiap 1 gram sampel kering pada krus porselain ukuran 5 mL. Sampel ditetesi 0,5 mL HNO₃ p.a. 14,3 M Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam tanur pada suhu 500⁰C selama 2 jam. Setelah 2 jam tanur dimatikan dan dibiarkan pada suhu kamar. Sampel dikeluarkan dari tanur serta dilarutkan dengan 3,5 mL HNO₃ p.a. 14,3 M Selanjutnya campuran disaring dan diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M hingga tanda batas menggunakan labu ukur 25 mL. Setelah pengenceran, larutan siap terukur. Dilakukan hal yang sama untuk penambahan larutan standar Cu 2, 3 dan 4 ppm.

- Recovery Destruksi Basah Ikan dan Saus

Larutan standar Pb 2, 3 dan 4 ppm masing-masing 2 mL dimasukkan kedalam setiap 1 gram sampel kering pada *beaker glass* lalu ditambahkan 10 mL HNO₃, 2 mL H₂SO₄, dan 1 mL H₂O₂ didiamkan 2 malam dan dipanaskan pada suhu 135⁰C hingga larutan agak bersih dan bening. Larutan didinginkan kemudian disaring. Setelah disaring selanjutnya diencerkan dengan HNO₃ 0,5 M hingga

tanda batas menggunakan labu ukur 25 mL. Selanjutnya larutan siap terukur. Dilakukan hal yang sama untuk penambahan larutan standar Cu 2, 3 dan 4 ppm.

3.8.2 Presisi (Keseksamaan)

Keseksamaan dilakukan dengan cara menganalisa sarden dengan 3 kali pengulangan. Pengukuran sampel setiap bulannya dilakukan dengan 3 sampel bulan dan merek yang sama namun dengan kaleng berbeda. Sementara setiap 1 sampel dilakukan 3 kali pengulangan dengan prosedur yang sama baik pada destruksi kering dan destruksi basah pada ikan maupun saus. Data yang didapat dapat ditentukan keseksamaan yang ditentukan sebagai Kv (Koefisien variasi) dari simpangan baku.