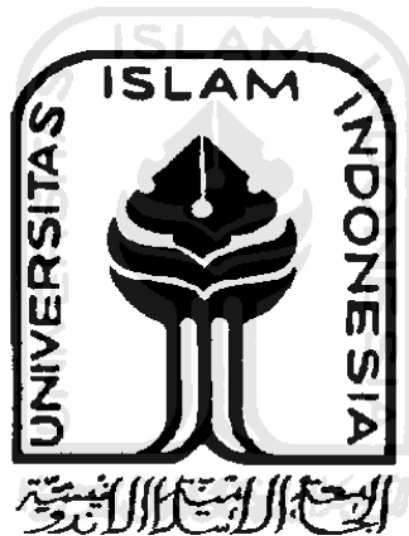


**Analisis Kandungan Timbal (Pb), Seng (Zn) dan Timah (Sn) dalam
Corned Beef dengan Spektrofotometri Serapan Atom**

SKRIPSI

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
gelar Sarjana Sains (S.Si) Program Studi Ilmu Kimia
pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
Jogjakarta**



Disusun oleh :

DWI WULANSARI
No Mhs : 03612040

**JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2007**

ANALISIS KANDUNGAN TIMBAL (Pb), SENG (Zn) DAN TIMAH (Sn) DALAM *CORNED BEEF* DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

Yang diajukan oleh :

DWI WULANSARI
No Mhs : 03 612 040

Telah disetujui oleh :

Dosen pembimbing I

Nurul Hidayat Aprilita Dr. rer. nat

Tanggal

Dosen Pembimbing II

Rudy Syahputra, M.Si.

Tanggal

Mengetahui,
Ketua Jurusan Kimia
FMIPA – UII

Rudy Syahputra, M.Si.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah segala rasa syukur penulis ke hadirat Allah SWT, berkat Rahmat dan Inayah-Nya yang dilimpahkan penulis memperoleh kekuatan dan kekuatan tenaga dan fikiran, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan segala kenikmatan-Nya. Shalawat dan salam penulis haturkan pada Nabi akhir zaman, Nabi Muhammad SAW yang senantiasa menuntun seluruh umat manusia ke jalan Allah SWT.

Skripsi ini disusun berdasarkan hasil penelitian penulis dengan judul **”ANALISIS KANDUNGAN TIMBAL (Pb), SENG (Zn), DAN TIMAH (Sn) DALAM CORNED BEEF DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM”** untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Sains (S.Si) program studi Ilmu Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta.

Dalam menyusun Skripsi ini, penulis menyadari telah banyak mendapat bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Akhmad Fauzy, S.Si., M.Si., Ph.D, selaku Dekan F-MIPA Universitas Islam Indonesia Yogyakarta

2. Bapak Rudy Syahputra, M.Si selaku ketua Jurusan Ilmu Kimia F-MIPA Universitas Islam Indonesia Yogyakarta dan selaku pembimbing II, terima kasih untuk semua ilmu, kritik dan sarannya.
3. Bapak Nurul Hidayat Aprilita Dr. rer. nat selaku pembimbing 1, terima kasih untuk semua ilmu, nasehat dan sarannya.
4. Dosen-dosen jurusan Ilmu Kimia F-MIPA UII, yang telah memberikan ilmu selama ini kepada penulis.
5. Semua pihak yang telah membantu dalam pelaksanaan dan penyusunan skripsi.

Dalam penyusunan Skripsi ini, penulis menyadari masih terdapat banyak kekurangan sehingga penulis mengharapkan masukan dan saran dalam perbaikan Skripsi ini. Sehingga Skripsi ini dapat bermanfaat bagi pengaplikasian Ilmu Kimia di masyarakat.

Jogjakarta, November 2007

Penulis

DWI WULANSARI

ANALISIS KANDUNGAN TIMBAL (Pb), SENG (Zn), DAN TIMAH (Sn) DALAM *CORNED BEEF* DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

DWI WULANSARI
No Mhs :03612040

INTISARI

Telah dilakukan penelitian terhadap kandungan logam timbal, seng dan timah dalam *corned beef* dengan spektrofotometer serapan atom (SSA).

Analisis kandungan timbal, seng dan timah dalam *corned beef* dengan destruksi basah, dalam penelitian ini digunakan HNO_3 sebagai destruktur. Sampel KA, KB, KC, SD, SE, SF diambil 10 gr, selanjutnya ditambahkan dengan HNO_3 65% dan dipanaskan untuk menyempurnakan proses oksidasi. Setelah dingin larutan disaring dengan kertas saring Whatman 42 dan ditentukan kandungan timbal dan seng dengan spektrofotometer serapan atom Perkin-Elmer 3100 PC untuk timah dengan spektrofotometer serapan atom Perkin-Elmer 5100 PC.

Hasil analisis menunjukkan bahwa konsentrasi timbal pada sampel KA, KB, KC, SD, SE, SF berturut-turut adalah 0,623 mg/kg; 0,623 mg/kg; 1,297 mg/kg; 0,623 mg/kg; 0,174 mg/kg; 0,174 mg/kg dan konsentrasi seng berturut-turut adalah 17,740 mg/kg; 9,300 mg/kg; 19,310 mg/kg; 17,515 mg/kg; 9,450 mg/kg; 10,045 mg/kg sedangkan pada logam timah tidak terdeteksi. Kandungan logam timbal, seng dan timah dalam sampel *corned beef* tidak melewati ambang batas yang di izinkan oleh SK. Dirjen BPOM No.03725/B/SK/VII/89 tentang batas maksimum cemaran logam dalam makanan.

Kata kunci : *corned beef*, SSA, Pb, Zn, Sn.

ANALYSIS CONTENT OF LEAD, ZINC AND TIN IN CORNED BEEF BY USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY

DWI WULANSARI
No Mhs : 03612040

ABSTRACT

The research was conducted to identify the lead, zinc and tin in corned beef by using Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS).

An analysis of lead, zinc and tin in corned beef by wet destruction, in the present study it was used HNO_3 as the destructor. Added 10 gr about sample KA, KB, KC, SD, SE, SF, further it was added with HNO_3 65% and boiled to oxidation process. After cooling the solution was filtered by using whatman 42 and determined its lead and zinc by using atomic absorption spectrophotometry perkin-elmer 3100 PC and tin by using atomic absorption spectrophotometry perkin-elmer 5100 PC.

The result of analysis showed that lead concentration of sample KA 0,623 mg/kg; KB 0,623 mg/kg; KC 1,297 mg/kg; SD 0,623 mg/kg; SE 0,174 mg/kg; SF 0,174 mg/kg and zinc concentration of sample KA 17,740 mg/kg; KB 9,300 mg/kg; KC 19,310 mg/kg; SD 17,515 mg/kg; SE 9,450 mg/kg; SF 10,045 mg/kg, the concentration of tin metal undetected. The lead, zinc and tin in corned beef did not exceed the limit threshold permitted by SK. Dirjen BPOM No.03725/B/SK/VII/89 about limited of heavy metal pollution in the foods.

Key word : corned beef, AAS, lead, zinc, tin.

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
Halaman Pengesahan	ii
KATA PENGANTAR	iii
INTISARI	v
ABSTRACT	vi
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	5
1.4 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
BAB III DASAR TEORI	11
3.1 Daging Kernet	11
3.2 Kaleng	14
3.3 Pengertian Logam Berat	17
3.3.1 Logam Timbal (Pb)	18
3.3.2 Logam Seng (Zn)	21

3.3.3 Logam Timah (Sn)	22
3.4 Spektrofotometri Serapan Atom	23
3.4.1 Teori Spektrofotometri Serapan Atom	23
3.4.2 Teknik-teknik analisis	27
3.4.3 Instrumentasi Spektroskopi Serapan Atom	29
3.4.4 Gangguan dalam Spektroskopi Serapan Atom	33
3.5 Validasi Alat Spektrofotometri Serapan Atom	35
3.6 Hipotesis	35
BAB IV METODE PENELITIAN	38
4.1 Alat dan Bahan	38
4.1.1 Alat-alat	38
4.2.2 Bahan-bahan	38
4.2 Cara Kerja	39
4.2.1 Metode Sampling	39
4.2.2 Jenis Sampel	40
4.2.3 Pembuatan Larutan Standar	40
4.2.3.1 Pembuatan Larutan Standar Pb	40
4.2.3.2 Pembuatan Larutan Standar Sn	41
4.2.3.3 Pembuatan Larutan Standar Zn	41
4.2.4 Preparasi Sampel	42
4.2.5 Pembuatan Kurva Standar	42

4.2.6 Kondisi Pengukuran Alat Spektroskopi Serapan Atom.....	43
4.2.6.1 Kondisi untuk Logam Pb.....	43
4.2.6.2 Kondisi untuk Logam Sn.....	44
4.2.6.3 Kondisi untuk Logam Zn.....	44
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	45
5.1 Optimasi peralatan spektrofotometri serapan atom	45
5.2 Validasi alat spektrofotometri serapan atom	54
5.3 Sampling	56
5.4 Penentuan konsentrasi Pb, Zn dan Sn dalam <i>corned beef</i> dengan spektrofotometri serapan atom	57
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	64
6.1 Kesimpulan	64
6.2 Saran	65
DAFTAR PUSTAKA	66
LAMPIRAN	68

DAFTAR TABEL

Tabel 1.	Temperatur nyala dengan berbagai bahan bakar	31
Tabel 2.	Kondisi optimum peralatan SSA Perkin-Elmer 5100PC untuk logam Pb dan Zn dan SSA Perkin-Elmer 3100PC untuk logam Sn dalam sampel <i>corned beef</i>	46
Tabel 3.	Hasil pengukuran larutan standar Pb.....	50
Tabel 4.	Hasil pengukuran larutan standar Zn.....	51
Tabel 5.	Hasil pengukuran larutan standar Sn.....	53
Tabel 6.	Parameter spektrofotometri serapan atom	55
Tabel 7.	Absorbansi dan konsentrasi sampel <i>corned beef</i> untuk logam Pb	60
Tabel 8.	Absorbansi dan konsentrasi sampel <i>corned beef</i> untuk logam Zn	61
Tabel 9.	Absorbansi dan konsentrasi sampel <i>corned beef</i> untuk logam Sn	62
Tabel 10.	Perhitungan limit deteksi dan ketepatan untuk logam Pb	90
Tabel 11.	Perhitungan limit deteksi dan ketepatan untuk logam Zn	93
Tabel 12.	Perhitungan limit deteksi dan ketepatan untuk logam Sn	96

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Kurva kalibrasi.....	27
Gambar 2. Diagram Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	29
Gambar 3. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Pb	50
Gambar 4. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Zn	52
Gambar 5. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Sn	54



BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Daging sapi merupakan salah satu jenis daging yang di konsumsi oleh manusia, misalnya daging sapi dalam kaleng. Akan tetapi masyarakat belum tahu berapa besar kontaminasi logam berat dalam makanan tersebut. Data mengenai kontaminasi logam berat dalam makanan masih sedikit, oleh karena itu data kandungan logam berat dari hasil penelitian ini mungkin dapat digunakan sebagai informasi bagi instansi yang berwenang mengenai masalah tersebut (Suwirna. S., dkk, 1981).

Daging kornet semakin menjadi pilihan bagi banyak orang. Produk olahan daging ini juga cepat dan mudah diolah. Sebagai makanan yang digemari masyarakat, *corned beef* ada kemungkinan mengandung logam-logam berbahaya seperti seng dan timbal, dan kaleng yang tersusun dari logam Sn, Fe dan Pb mempunyai daya tahan terhadap korosi terbatas. Logam-logam tersebut mudah bereaksi dengan asam sehingga pada keasaman (pH) tertentu dan lama penyimpanan yang tertentu pula, akan terjadi pencemaran terhadap *corned beef*.

Logam berat merupakan komponen alami tanah. Elemen ini tidak dapat didegradasi maupun dihancurkan. Logam berat dapat masuk ke dalam tubuh manusia lewat makanan, air minum, atau melalui udara. Logam-logam berat seperti seng

dibutuhkan tubuh manusia untuk membantu kinerja metabolisme tubuh. Logam-logam tersebut berpotensi menjadi racun jika konsentrasi dalam tubuh tinggi. Logam berat menjadi berbahaya disebabkan sistem bioakumulasi. Bioakumulasi berarti peningkatan konsentrasi unsur kimia tersebut dalam tubuh makhluk hidup sesuai piramida makanan. Akumulasi atau peningkatan konsentrasi logam berat di alam mengakibatkan konsentrasi logam berat di tubuh manusia adalah tertinggi. Jumlah yang terakumulasi setara dengan jumlah logam berat yang tersimpan dalam tubuh ditambah jumlah yang di ambil dari makanan, minuman, atau udara yang terhirup. Jumlah logam berat yang terakumulasi lebih cepat dibandingkan dengan jumlah yang terekskresi dan terdegradasi.

Manusia bukan hanya bisa menderita karena menghirup udara yang tercemar, tetapi juga akibat mengasup makanan yang tercemar logam berat, seperti daging kaleng di mana ternak yang makan rumput yang sudah mengandung logam berat yang sangat berbahaya bagi kesehatan manusia. Lingkungan sekarang ini telah tercemar oleh limbah-limbah pabrik yang mengalir ke sungai atau selokan, ke rumput-rumput yang menjadi tempat makanan dan minumannya tercemar sehingga masuk kedalam tubuh hewan tersebut, kemudian daging hewan tersebut di konsumsi oleh manusia. Tetapi kontaminasi daging kaleng bukan hanya dari daging saja, kemungkinan juga dari tempat atau wadah yang dipakai. Sehingga manusia yang mengkonsumsinya dapat mengakibatkan keracunan (Anonim, 2005).

Makanan maupun minuman kaleng biasanya ditempatkan pada suatu wadah yang dipakai untuk dapat memperpanjang umur makanan tersebut. Biasanya tempat yang digunakan adalah kaleng, akan tetapi makanan kaleng dapat menyerap logam dari wadahnya baik timah dan besi dari pelat timah, serta timah dan timbal dari patrian. Pada makanan yang bersifat asam dan dikalengkan tanpa oksigen, timah menjadi anoda dalam pasangan timah-besi. Timah pada kondisi ini larut dengan laju sangat rendah dan dapat melindungi produk selama dua tahun atau lebih (Deman, 1997).

M Arifin, (2006) telah melakukan penelitian terhadap sapi yang digembalakan di TPA Jatibarang, Semarang, menemukan dalam hati sapi yang dijadikan sampel terkandung 2,48 parts per milion (ppm) unsur timbal (Pb), dan 0,02 ppm unsur merkuri (Hg). Maximum residu limit (MRL) yang ditetapkan Departemen Kesehatan adalah 2,00 ppm untuk timbal dan 0,03 ppm untuk merkuri. Kandungan logam berat bisa menyebabkan perubahan genetika apabila terakumulasi terus-menerus. Untuk bagian has, kandungan timbal juga tinggi, mencapai 0,19 ppm. Dalam jumlah yang lebih kecil, kandungan logam berat juga terdeteksi pada daging bagian paha dan usus sapi (<http://www.kompas.com/kompas-cetak/0609/27/humaniora/2983493.htm>).

Kontaminasi timbal dan kadmium dalam makanan dapat terjadi melalui makanan dalam kaleng yang sambungannya masih dipatri dengan timbal, pewarna tekstil yang digunakan sebagai pewarna makanan serta makanan yang tercemari oleh udara dan air yang telah tercemar oleh gas dan debu knalpot kendaraan bermotor.

Makanan yang tinggi kadar timbalnya antara lain makanan yang dikemas dalam kaleng, kerang-kerangan dan sayur-sayuran yang ditanam di dekat jalan raya. Akibat pencemaran timbal dan kadmium pada lingkungan dapat menyebabkan makanan yang kita konsumsi, air yang kita minum dan udara yang kita hirup kemungkinan telah terkontaminasi dengan timbal dan kadmium. Residu logam-logam berat di dalam tubuh bersifat kumulatif dan dapat mengganggu sistem darah dan urat syaraf serta kerja ginjal. Timbal mempunyai arti penting dalam dunia kesehatan bukan karena penggunaan terapinya melainkan lebih disebabkan karena sifat racun dan telah terbukti membahayakan kesehatan manusia jika tertelan atau terhirup dalam jumlah kumulatif yang relatif kecil (Supriyanto.C.,dkk, 1999).

Manusia membutuhkan sekitar 2 gram seng perharinya, dalam tubuh, seng sangat esensial bagi enzim, selain itu juga berfungsi membantu pertumbuhan (Olson, 1988). Seng juga membantu dalam penyembuhan luka dan diperkirakan seng diperlukan juga untuk mobilisasi vitamin A dari tempat penyimpanan hati (William and Caliendo, 1984). (Olonso, 1988). Seng ini terdapat pada : produk susu, daging sapi, daging ayam, ikan, roti,dan lain-lain (Anonim, 2007).

Dalam penelitian ini akan ditentukan analisis logam-logam berat Pb, Zn dan Sn dalam daging kornet kemasan kaleng secara Spektrofotometri Serapan Atom.

1.2 Perumusan Masalah

- a) Apakah ada pengaruh tempat penyimpanan terhadap besarnya kandungan logam Pb, Zn dan Sn dalam daging kornet kemasan kaleng yang di peroleh dari Toko kelontongan dan Supermarket?
- b) Bagaimana perbandingan hasil kandungan logam Pb, Zn dan Sn yang diperoleh penelitian dengan yang ditetapkan oleh SK. Dirjen BPOM No.03725/B/SK/VII/89 tentang batas maksimum cemaran logam dalam makanan?

1.3 Tujuan Penelitian

- a) Untuk mengetahui adanya pengaruh tempat penyimpanan terhadap besarnya kandungan logam Pb, Zn dan Sn dalam daging kornet kemasan kaleng yang diperoleh dari toko kelontongan dan Supermarket.
- b) Untuk mengetahui perbandingan antara logam Pb, Zn, dan Sn hasil analisis dengan SK. Dirjen BPOM No.03725/B/SK/VII/89 tentang batas maksimum cemaran logam dalam makanan.

1.4 Manfaat Penelitian

- a) Memberikan informasi untuk tindakan pemantauan tentang kondisi makanan kaleng di Indonesia.

- b) Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai kandungan logam Sn, Zn, dan Pb dalam daging kornet kemasan kaleng serta bahaya yang dapat di timbulkan sehingga dapat terhindar dari keracunan logam berat.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Suatu tatanan lingkungan hidup dapat tercemar atau menjadi rusak disebabkan oleh banyak hal, namun yang paling utama dari sekian penyebab tercemarnya suatu tatanan lingkungan lebih banyak disebabkan oleh limbah. Limbah yang sangat beracun pada umumnya berupa persenyawaan-persenyawaan kimia atau hanya dalam bentuk unsur. Biasanya senyawa kimia yang sangat beracun bagi organisme hidup dan manusia adalah senyawa-senyawa kimia yang mempunyai bahan aktif dari logam-logam berat. Daya racun yang dimiliki oleh bahan aktif dari logam berat akan bekerja sebagai penghalang kerja enzim dalam proses fisiologis atau metabolisme tubuh sehingga menyebabkan metabolisme terputus, di samping itu bahan beracun dari senyawa kimia juga dapat terakumulasi atau menumpuk dalam tubuh. Akibatnya timbul problem beracun kronis (Palar, 1994).

Warsito, dkk, (2001) telah melakukan preparasi dan penentuan kadar Fe, Cu, dan Zn dalam kerang udang dan ikan di lingkungan kali Surabaya dengan metode nyala spektrofotometri serapan atom dengan cara 0,5 gr dari masing-masing cuplikan dan *SRM Oytes tissue* dimasukkan ke dalam *Teflon bomb* digester. Dengan menambahkan 0,2 ml asam fluorida dan 2 ml HNO₃ pekat, dibiarkan selama 1 jam, kemudian dipanaskan dalam oven pada suhu 150°C selama 3 jam. Hasil pelarutan dipanaskan di atas penangas pasir untuk menghilangkan asam sisa. Hasil penguapan

dilarutkan dengan aquabides hingga volume tertentu, lalu di analisis dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom.

Supriyanto, dkk, (1999) telah melakukan uji banding kandungan Pb, Cd dan Fe di dalam cuplikan ikan dan udang di daerah krakal dan jepara dengan metode spektrofotometri serapan atom. Untuk analisis logam Pb dan Cd dilakukan menggunakan metode tungku grafit dengan cara sampel ikan dan udang diambil daging dan hatinya , dimasukkan dalam pengering suhu rendah. Hasil pengeringan di giling dengan *ball-mill* yang terbuat dari ZnO_2 , diayak lolos 100 mesh dan dihomogenkan. Setengah gram cuplikan homogen dilarutkan dalam HNO_3 1:10, dipanaskan ± 3 jam dengan bom kuarsa digester. Hasil pelarutan dituang dalam gelas beker dan dipanaskan diatas *hot-plate* sampai asam nitrat hilang. Hasil pelarutan didinginkan dan ditambahkan dengan aquatrides hingga volume akhir 100 ml. sedangkan untuk analisis logam Fe dilakukan dengan metode nyala.

Rahmalati (2004) telah melakukan penelitian tentang kandungan logam berat Hg dan Cu dalam sampel daging kornet dengan metode Spektofotometri Serapan Atom Cuplikan Padat. Sampel dijadikan serbuk kering, dihomogenkan dan diayak 100 mesh kemudian dianalisis dengan Sepktrofotometri Serapan Atom Cuplikan Padat. Hasil yang diperoleh bahwa kadar Hg 0,114 $\mu g/g$ melebihi batas ambang yaitu 0,03 $\mu g/g$ dan Cu diperoleh 7,541 $\mu g/g$ masih memenuhi ambang batas yaitu 20,0 $\mu g/g$.

Menurut Ahmad (2000) bagian terpenting pada penentuan kandungan timbal dan kromium dengan metode spektrofotometri serapan atom yaitu pada preparasi sampel yaitu destruksi sampel. Proses destruksi merupakan langkah penting yang mempengaruhi ketepatan analisis unsur-unsur mikro dan dalam asam organik misalnya asam nitrat, asam klorida, dan asam sulfat. Asam anorganik adalah matrik yang dapat diterima pada spektrofotometri serapan atom. Beberapa sampel membutuhkan larutan asam misalnya HF, HCl, dan H₂SO₄ dapat digunakan untuk bahan-bahan anorganik yang sulit dihancurkan.

Menurut Johnson, dkk (1981) secara garis besar ada dua cara yang biasa digunakan yaitu destruksi kering dan destruksi basah. Dalam destruksi kering, sampel dipanaskan pada temperatur > 500°C. Keuntungan metode ini adalah sederhana dan terhindar dari pengotor seperti dalam metode destruksi basah, namun dapat terjadi kehilangan unsur-unsur mikro tertentu. Di samping itu, dapat juga terjadi reaksi antara unsur dengan bahan wadah. Destruksi kering material yang berisi unsur yang rendah ditempatkan dalam wadah silika atau porselin. Unsur-unsur dalam jumlah yang cukup besar akan teradsorpsi pada permukaan wadah dengan membentuk suatu silika yang tidak dapat dihancurkan seluruhnya oleh asam.

Mengingat dampak logam berat Pb, Zn dan Fe terhadap kesehatan manusia sangat besar, maka perlu dilakukan pemantauan kandungan logam berat Pb, Zn dan Fe secara terus-menerus. Analisis logam Pb, Zn dan Fe dalam daging kaleng yang berbentuk padat dilakukan dengan metode spektrometri serapan atom. Digunakan

spektrometer serapan atom dalam analisis ini, karena instrument tersebut mempunyai kelebihan antara lain tidak memerlukan pengompleks, mempunyai ketelitian tinggi dan hampir semua logam dapat di analisis dengan spektrometer serapan atom. Akan tetapi, alat ini juga mempunyai kelemahan yaitu harga instrumennya yang mahal dan mudah terinterferensi.



BAB III

DASAR TEORI

3.1 Daging Kernet

Kata *corned* berasal dari bahasa Inggris yang berarti diawetkan dengan garam. Dari kata tersebut maka lahir istilah *corned beef* yaitu daging sapi yang diawetkan dengan penambahan garam dan dikemas dalam kaleng. Tujuan pembuatan daging kernet adalah untuk memperoleh daging yang berwarna merah, meningkatkan daya awet, dan daya terima produk, serta menambah keragaman produk olahan daging.

Daging kernet atau *corned beef* adalah produk yang diperoleh dari potongan daging sapi tanpa tulang boleh tercampur dengan daging bagian kepala dan hati, diawetkan dan dikemas dalam wadah tertutup kedap dan telah di proses panas. Produk harus dipersiapkan dari potongan daging pramasak atau campuran daging pramasak dengan daging mentah dalam jumlah tidak boleh lebih dari 15% atau dalam hal lain daging tersebut harus diawetkan sebelum atau setelah diisikan dalam wadah. Kadar protein yang terdapat dalam daging kernet tidak kurang dari 21% . Bahan pangan manusia yang berupa daging pada umumnya tergolong dalam pH antara 5,0-6,8. Golongan bahan ini biasanya dinyatakan sebagai golongan asam rendah, dan dalam beberapa hal bahan ini dinyatakan sebagai bahan pangan non asam.

Daging merupakan salah satu bahan pangan yang mudah rusak (*perishable food*) karena daging merupakan media yang baik bagi pertumbuhan mikroorganisme.

Preservasi daging mempunyai tujuan antara lain untuk mengamankan daging dari kerusakan atau pembusukan oleh mikroorganisme dan memperpanjang masa simpan. Preservasi berarti menghambat atau membatasi reaksi-reaksi enzimatik, kimia dan kerusakan fisik daging (Soeparno, 1992). Menurut Soesanto (1985) cara pengawetan bahan pangan pada prinsipnya dikelompokkan menjadi 2 yaitu pengawetan tanpa perubahan bentuk dari bahan pangan tersebut dan pengawetan dengan perubahan bentuk dan kadar air dari bahan pangan tersebut. Ditambahkan Soeparno (1992) pengawetan yang menghasilkan produk yang sifat fisiknya berubah dari bahan bakunya dikenal dengan istilah pengolahan. Berdasarkan keadaan fisiknya, daging dapat dikelompokkan menjadi daging segar yang tanpa pelayuan, daging segar yang didinginkan (daging dingin), daging masak, daging asap dan daging olahan.

Kebusukan kornet dalam kaleng dapat disebabkan oleh proses pembuatan yang tidak benar, kebocoran wadah karena penutupan yang kurang baik, atau penyimpanan pada suhu yang tidak tepat dan terlalu lama. Kebusukan tersebut tidak selalu dapat dideteksi dari penampakan wadah karena tidak selalu diikuti oleh perubahan bentuk wadah. Secara umum, ciri-ciri yang dapat digunakan untuk menilai kualitas kornet dalam kaleng adalah sebagai berikut:

1. *Flat Sour*

Apabila produk di dalam kaleng memberikan cita rasa asam karena adanya aktivitas mikroba tanpa memproduksi gas, kebusukan tersebut dikenal dengan sebutan flat sour (kaleng tetap datar, tidak menggelembung, tetapi produk menjadi asam). Jenis kebusukan ini disebabkan oleh aktivitas spora bakteri tahan panas yang tidak terhancurkan selama proses sterilisasi. Hal tersebut bisa terjadi akibat sanitasi selama pengolahan yang buruk atau karena proses pengolahan tidak tepat.

2. Penggelembungan Kaleng

Kaleng yang gelembung dapat terjadi akibat terbentuknya gas di dalam wadah karena adanya pertumbuhan dan aktivitas mikroba. Adanya gas tersebut menyebabkan meningkatnya tekanan di dalam kaleng, sehingga kaleng menjadi gelembung pada bagian tutup dan dasar kaleng. Kaleng yang gelembung dapat juga disebabkan oleh penuhnya pengisian kornet, sehingga tidak cukup adanya ruang kosong di dalam kaleng.

3. *Stack Burn*

Stack burn terjadi akibat pendinginan yang tidak sempurna, yaitu kaleng yang belum benar-benar dingin sudah disimpan. Biasanya produk di dalam kaleng menjadi lunak, berwarna gelap, dan menjadi tidak dapat di konsumsi lagi.

4. Kaleng yang penyok

Kaleng yang penyok dapat mengakibatkan terjadinya lubang-lubang kecil yang merupakan sumber masuknya mikroba pembusuk. Penyoknya kaleng dapat

disebabkan oleh benturan-benturan mekanis akibat perlakuan kasar, baik selama proses pembuatan, penyimpanan, pengangkutan, atau pemasaran.

5. Kaleng yang bocor

Bocornya kaleng disebabkan oleh sambungan kaleng yang kurang rapat, penyolderan kurang sempurna, atau tertusuk oleh benda tajam. Kaleng yang bocor ditandai dengan tumbuhnya mikroba dan timbulnya bau kurang sedap. Kaleng oval umumnya lebih jarang mengalami kebocoran daripada yang berbentuk silinder.

6. Kaleng yang berkarat

Kaleng yang berkarat dapat mencerminkan bahwa produk tersebut telah lama di produksi atau di simpan pada tempat yang kurang tepat (keadaan lembab) (Anonim, 2006).

3.2 Kaleng

Kaleng adalah suatu wadah yang dibuat dari baja dan dilapisi timah putih tipis dengan kadar tidak lebih dari 1,00 - 1,25 % dari berat kaleng. Kadang-kadang lapisan ini dilapisi lagi oleh lapisan bukan metal yaitu untuk mencegah reaksi dengan makanan di dalamnya. Daya tahan timah terhadap korosi tidak sempurna, tetapi terhadap reaksi dengan makanan di dalamnya lebih lambat bila dibandingkan dengan baja. Dalam pengertian ini, kaleng juga termasuk wadah yang terbuat dari aluminium.

Pada abad ke-20 sekarang muncul kaleng timah saniter yang biasa. Kemasan ini adalah kaleng yang berasal dari besi dilapisi timah, yang mengandung 0,25 sampai

2,0 % timah. Bahan pangan yang sangat berwarna di dalam kemasan kaleng akan menjadi pucat, akan tetapi warnanya dapat dipertahankan di dalam kaleng yang di vernis. Vernis diberikan dan dapat di bakar pada salah satu sisi lembaran plat kaleng, kemudian kaleng di bentuk menjadi kemasan kaleng.

Kaleng mempunyai sifat yang baik sebagai pengemas karena mampu menahan gas, uap air, jasad renik, debu, dan kotoran. Kaleng juga memiliki kekuatan mekanik yang tinggi, tahan terhadap perubahan suhu yang ekstrem, dan toksisitasnya relatif rendah. Umur simpan daging kornet dalam kaleng dapat mencapai 2 tahun atau lebih, tergantung proses pengolahan, jenis kaleng, penyimpanan, dan distribusi.

Baja adalah batuan logam alloy yang komponen utamanya adalah besi, dengan karbon sebagai pencampur utama. Karbon bekerja sebagai agen peneras. Baja dengan peningkatan jumlah karbon dapat memperkeras dan memperkuat besi, tetapi juga lebih rapuh. Definisi klasik, baja adalah besi-karbon aloy dengan kadar karbon sampai 5,1 persen; ironisnya, aloy dengan kadar karbon lebih tinggi dari ini dikenal dengan besi.

Bahan-bahan korosif (yang dapat menyebabkan korosi) terdiri atas asam, basa serta garam, baik dalam bentuk senyawa anorganik maupun organik. Umumnya kaleng digunakan untuk produk-produk yang disterilisasi dengan panas. Umur tempat jalannya reaksi panas makanan selama penyimpanan ditentukan oleh daya tahan kaleng terhadap korosi. Faktor yang berpengaruh terhadap korosi dapat dibedakan

menjadi dua, yaitu yang berasal dari bahan itu sendiri dan dari lingkungan. Faktor dari bahan meliputi :

- a. Kemurnian bahan
- b. Struktur bahan
- c. Bentuk kristal
- d. Unsur-unsur kelumit yang ada dalam bahan
- e. Teknik pencampuran bahan dan sebagainya.

Beberapa faktor yang menentukan besarnya korosi pada kaleng bagian dalam, adalah

- a. pH makanan dalam kaleng
- b. Adanya akselator korosi, seperti nitrat dan beberapa senyawa sulfur.
- c. Tingginya sisa oksigen dalam makanan
- d. Jenis kaleng dan jenis lapisan penahan korosi
- e. Suhu dan lama penyimpanan

Sedangkan besarnya korosi pada bagian luar, yang biasanya lebih mudah dikontrol, ditentukan antara lain oleh :

- a. Jenis kaleng dan tipisnya lapisan timah
- b. Komposisi air pendingin (mengandung klor, melarutkan garam, dsb)

Bagian dalam kaleng dihindarkan dari terjadinya karat atau reaksi terhadap makanan didalamnya terutama reaksi dengan asam, yaitu dengan cara melapisinya dengan enamel. Kerusakan bahan pangan berlemak, terutama disebabkan oleh proses oksidasi mengakibatkan vitamin yang larut dalam lemak dan oksidasi asam-asam

lemak tak jenuh, sehingga bahan pangan berbau tengik dan nilai gizi dan cita rasa bahan pangan menurun. Beberapa faktor yang perlu diperhatikan dalam pembungkusan, ditinjau dari lemak atau bahan pangan berlemak, yaitu :

- a. Kecenderungan bahan pangan untuk kehilangan sejumlah air, dan lemak atau minyak yang terdapat dalam bahan pangan
- b. Kecenderungan untuk mengeras pada temperatur yang berbeda dan pada kadar air yang berbeda
- c. Kecenderungan dari bahan untuk kehilangan cita rasa yang menguap dan menyerap bau dari luar
- d. Daya tahan bahan terhadap cahaya
- e. Daya tahan bahan terhadap oksigen
- f. Daya tahan bahan terhadap gangguan serangga
- g. Ukuran atau bentuk bahan yang akan dikemas (Ketaren, 1986)

3.3 Pengertian Logam Berat

Secara alamiah unsur-unsur logam berat terdapat di seluruh alam, namun dalam kandungan logam berat berdasarkan sumber alamiah di antaranya berasal dari debu-debu kegiatan gunung berapi, erosi dan pelapukan tebing dan tanah juga dari asap kebakaran hutan. Kandungan ini akan meningkat bila limbah perkotaan, pertambangan, pertanian dan perindustrian yang banyak mengandung logam berat masuk ke lingkungan.

Logam yang dapat menyebabkan keracunan adalah jenis logam berat. Logam ini termasuk logam yang esensial seperti Cu, Zn, Se dan yang non esensial seperti Hg, Pb, Cd dan As. Terjadinya keracunan logam paling sering disebabkan pengaruh pencemaran lingkungan oleh logam berat. Toksisitas logam pada makhluk hidup kebanyakan terjadi karena logam berat non esensial, walaupun tidak menutup kemungkinan adanya keracunan logam esensial yang melebihi dosis (Darmono, 1995).

Logam yang masuk kedalam tubuh melalui makanan akan relatif tinggi dan diserap efisien oleh tubuh, akan sulit untuk diekskresikan oleh organisme tersebut (Gani, 1979). Logam tersebut jika tidak dikeluarkan dari tubuh, tersimpan dalam jaringan khusus yang lebih permanen dalam tubuh yaitu berkaitan dengan protein. Beberapa logam sangat penting bagi kesehatan dan kekurangan logam itu akan menyebabkan penyakit, demikian juga sebaliknya. Jika tertelan dalam jumlah besar dapat mengganggu kesehatan. Akhirnya beberapa logam tidak mempunyai fungsi yang dikenal dalam tubuh dan pendarahan pada bagian dalam tubuh mereka dapat berakibat buruk (Greenberg,dkk, 1998).

3.3.1 Logam Timbal (Pb)

Timbal adalah logam abu-abu kebiruan, dalam susunan berkala terletak pada golongan IV A, bersama-sama dengan karbon, silikon, germanium, dan timah. Logam Pb tersebar lebih luas dibandingkan kebanyakan logam lain, kadarnya dalam

lingkungan meningkat karena berbagai penggunaan dalam industri, misalnya industri baterai, logam Pb digunakan sebagai Grid yang merupakan alloy (persenyawaan) dengan logam bismuth (Pb-Si) dengan perbandingan 93 :7. Sifat-sifat khusus logam Pb, yaitu :

- a) Merupakan logam yang lunak, sehingga dapat dipotong menggunakan pisau atau dengan tangan dan dapat dibentuk dengan mudah
- b) Merupakan logam yang tahan terhadap peristiwa korosi atau karat sehingga logam Pb dapat digunakan sebagai bahan coating
- c) Mempunyai titik lebur yang rendah, $327,5^{\circ}\text{C}$
- d) Mempunyai kerapatan yang lebih besar dibandingkan dengan logam-logam biasa kecuali emas dan merkuri
- e) Merupakan penghantar listrik yang tidak baik

Timbal dapat digunakan untuk melapisi logam untuk mencegah perkaratan. Bila di campur dengan logam lain, membentuk logam campuran yang lebih bagus dari pada logam murninya, mempunyai kepadatan melebihi logam lain. Logam Pb dapat masuk kedalam tubuh melalui pernapasan, makanan dan minuman. Logam Pb tidak dibutuhkan manusia, sehingga bila makanan tercemar oleh logam tersebut tubuh akan mengeluarkan sebagian. Sisanya akan terakumulasi pada bagian tubuh tertentu seperti ginjal, hati, kuku, jaringan lemak dan rambut. Adanya timbal dalam peredaran darah dan dalam otak mengakibatkan berbagai gangguan fungsi jaringan dan

metabolisme. Gangguan mulai dari sintesis haemoglobin darah, gangguan pada ginjal, sistem reproduksi (Anonim, 2000).

Logam Pb dalam persenyawaan dapat berada di dalam badan perairan secara alamiah melalui pengkristalan Pb di udara dengan bantuan air hujan. Air buangan dari pertambangan bijih timah hitam dan buangan sisa industri baterai. Buangan-buangan tersebut akan jatuh pada jalur-jalur perairan seperti anak-anak sungai untuk kemudian akan dibawa terus menuju lautan. Umumnya jalur buangan dari bahan sisa perindustrian yang menggunakan Pb akan merusak tata lingkungan perairan yang dimasukinya yaitu menjadikan sungai dan alur-alurnya tercemar (Palar, 1994).

Timbal adalah racun bagi lingkungan dan kesehatan masyarakat global. Penyebab terjadinya keracunan timbal bersifat lokal, bervariasi dalam komunitas dan negara yang berbeda. Penelitian menunjukkan bahwa timbal yang terserap oleh anak, walaupun dalam jumlah kecil, dapat menyebabkan gangguan pada fase awal pertumbuhan fisik dan mental yang kemudian berakibat pada fungsi kecerdasan dan kemampuan akademik.

Keracunan Pb pada orang dewasa di tandai dengan gejala seperti pucat, sakit, dan kelumpuhan. Bila pada keracunan kronik, awalnya tidak menyebabkan gangguan kesehatan yang tampak, tetapi semakin lama efek toksik itu menumpuk hingga akhirnya terjadi gejala keracunan. Keracunan timbal kronik di tandai dengan depresi, sakit kepala, sulit berkonsentrasi, daya ingat terganggu, dan sulit tidur. Sedangkan keracunan akut dapat terjadi bila timbal yang masuk ke dalam tubuh seseorang lewat

makanan atau menghirup uap timbal dalam waktu yang relatif pendek dengan dosis atau kadar yang relatif tinggi. Gejala yang timbul berupa mual, muntah, sakit perut hebat, kelainan fungsi otak, anemia berat, kerusakan ginjal, bahkan kematian. Pada perempuan yang sedang hamil, timbal yang tertimbun dalam tulang akan masuk ke janin dan asupan timbal dapat menyebabkan keguguran. Kadar timbal dalam ASI (air susu ibu) dari ibu-ibu yang bertempat tinggal di kota-kota jauh lebih tinggi dibandingkan dengan ASI dari ibu-ibu yang bertempat tinggal di pedesaan. Yakni masing-masing 1-30 mikrogram per kilogram dan 1-2 mikrogram per kilogram (Anonim, 2000).

Dalam jangka yang lama Pb terakumulasi pada gigi, gusi dan tulang. Jika konsentrasi Pb meningkat, akan terjadi anemia dan kerusakan fungsi otak serta kegagalan fungsi ginjal (Guthrie and Perry, 1980).

3.3.2 Logam Seng (Zn)

Seng berwarna putih kebiru-biruan dengan spesifikasi masa jenis $7,14 \text{ gr/cm}^3$, memiliki titik leleh 410°C dan titik didih 906°C . Pada tabel periodik, seng termasuk golongan IIB, memiliki nomor atom 30, dan berat molekul $65,37 \text{ gr/mol}$. Seng memiliki konfigurasi (Ar) $3d^{10} 4s^2$, sehingga seng termasuk unsur logam transisi karena adanya elektron yang menempati kulit d. Seng mudah larut dalam segala jenis asam, seng yang benar-benar murni tidak akan larut dalam asam dengan kecepatan yang mudah terukur, kecuali dengan HNO_3 .

Manusia membutuhkan sekitar 2 gram seng perharinya, dalam tubuh, seng sangat esensial bagi enzim, selain itu juga berfungsi membantu pertumbuhan (Olson, 1988). Seng juga membantu dalam penyembuhan luka dan diperkirakan seng diperlukan juga untuk mobilisasi vitamin A dari tempat penyimpanan hati (William and Caliendo, 1984). Pengamatan yang dilakukan terhadap domba memperlihatkan bahwa jumlah seng yang tinggi selama masa kehamilan akan mengakibatkan kerusakan pada janin. Tidak diketahui pasti apakah hal serupa juga akan terjadi pada manusia, jika dilihat efek kerugiannya ini sangat dianjurkan agar tidak berlebihan dalam mengonsumsi zat seng (Olson, 1988).

Seng ditemukan pada alpha-macroglobulin yang merupakan protein yang penting pada sistem kekebalan tubuh. Oleh sebab itu seng ini merupakan salah satu mineral yang penting pada sistem kekebalan. Seng juga dapat membantu membersihkan beberapa logam berat dalam tubuh (khususnya Cadmium dan Timbal yang banyak terdapat pada buangan asap kendaraan bermotor). Seng mempunyai peranan penting pada pembelahan dan fungsi sel. Seng juga mempengaruhi reaksi inflamasi di cairan sinovial pada arthritis. Seng terdapat pada produk susu, daging sapi, daging ayam, ikan, roti (Anonim, 2004).

3.3.3 Logam Timah (Sn)

Timah adalah sebuah unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki simbol Sn (bahasa Latin: *stannum*) dan nomor atom 50. Unsur ini merupakan logam miskin

keperakan, dapat ditempa, tidak mudah teroksidasi dalam udara sehingga tahan karat, ditemukan dalam banyak alloy, dan digunakan untuk melapisi logam lainnya untuk mencegah karat.

Timah merupakan logam berwarna putih keperakan, dengan kekerasan yang rendah, berat jenis $7,3 \text{ g/cm}^3$, serta mempunyai sifat konduktivitas panas dan listrik yang tinggi. Dalam keadaan normal ($13 - 1600 \text{ }^\circ\text{C}$), logam ini bersifat mengkilap dan mudah dibentuk. Timah ternyata masih tetap mengancam dalam kehidupan kita. Timah biasanya terdapat pada boneka, mobil-mobilan, serta dalam minuman dan makanan. Anak-anak yang menyimpan 10 mikrogram timah hitam pada setiap desiliter darahnya, meraih angka lebih rendah dari rata-rata peserta uji IQ model Stanford-Binet (<http://kompas.com/kompas-cetak/0105/06/ipitek/tima22.htm>).

3.4 Spektrofotometri Serapan Atom

3.4.1 Teori Spektrofotometri Serapan Atom

Prinsip dasar Spektrofotometri serapan atom adalah interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. Spektrofotometri serapan atom merupakan metode yang sangat tepat untuk analisis zat pada konsentrasi rendah (Khopkar, 1990). Teknik ini adalah teknik yang paling umum dipakai untuk analisis unsur. Teknik-teknik ini didasarkan pada emisi dan absorbansi dari uap atom. Komponen kunci pada metode spektrofotometri atom adalah sistem (alat) yang dipakai untuk menghasilkan uap atom dalam sampel (Anonim, 2003). Yang dimaksud dengan

proses atomisasi adalah proses perubahan sampel dalam bentuk larutan menjadi spesies atom dalam nyala. Proses atomisasi ini akan sangat berpengaruh terhadap hubungan antara konsentrasi atom analit dalam larutan dan sinyal yang diperoleh pada detektor dan dengan demikian sangat berpengaruh terhadap sensitivitas analisis (Darmawan, 2003). Secara ideal fungsi dari sistem atomisasi (source) adalah:

- a. Mengubah sembarang jenis sampel menjadi uap atom fasa-gas dengan sedikit perlakuan atau tanpa perlakuan awal.
- b. Agar diperoleh kondisi operasi yang identik untuk setiap elemen dan sampel.
- c. Mendapatkan sinyal analitik sebagai fungsi sederhana dari konsentrasi tiap-tiap elemen yakni agar gangguan (interferensi) dan pengaruh matriks (media) sampel menjadi minimal.
- d. Memberikan analisis yang teliti (*precise*) dan tepat (*accurate*).
- e. Mendapatkan harga beli, perawatan, dan pengoperasian yang murah.
- f. Memudahkan operasi.

Jika radiasi elektromagnetik dikenakan kepada suatu atom, maka akan terjadi eksitasi elektron dari tingkat dasar ke tingkat tereksitasi. Larutan sampel diaspirasikan ke suatu nyala dan unsur-unsur di dalam sampel diubah menjadi uap atom sehingga nyala mengandung atom unsur-unsur yang dianalisis. Beberapa di antara atom akan tereksitasi secara termal oleh nyala, tetapi kebanyakan atom tetap tinggal sebagai atom netral dalam keadaan dasar (*ground state*). Atom-atom *ground state* ini kemudian menyerap radiasi yang diberikan oleh sumber radiasi yang terbuat

oleh unsur-unsur yang bersangkutan. Panjang gelombang yang dihasilkan oleh sumber radiasi adalah sama dengan panjang gelombang yang diabsorpsi oleh atom dalam nyala. Absorpsi ini mengikuti hukum Lambert-Beer, yaitu absorbansi berbanding lurus dengan panjang nyala yang dilalui sinar dan konsentrasi uap atom dalam nyala. Ada banyak variasi nyala yang telah dipakai bertahun-tahun untuk spektrometri atom. Namun demikian yang saat ini menonjol dan dipakai secara luas untuk pengukuran analitik adalah udara-asetilen dan nitrous oksida-asetilen. Dengan kedua jenis nyala ini, kondisi analisis yang sesuai untuk kebanyakan analit (unsur yang dianalisis) dapat ditentukan dengan menggunakan metode-metode emisi, absorpsi, dan juga fluoresensi.

1. Nyala udara asetilen

Biasanya menjadi pilihan untuk analisis menggunakan AAS. Temperatur nyalanya yang lebih rendah mendorong terbentuknya atom netral dan dengan nyala yang kaya bahan bakar pembentukan oksida dari banyak unsur dapat diminimalkan.

2. Nitrous oksida-asetilen

Dianjurkan dipakai untuk penentuan unsur-unsur yang mudah membentuk oksida dan sulit terurai. Hal ini disebabkan karena temperatur nyala yang dihasilkan relatif tinggi. Unsur-unsur tersebut adalah: Al, B, Mo, Si, So, Ti, V, dan W.

Kedua variabel ini sulit untuk ditentukan tetapi panjang nyala dapat dibuat konstan sehingga absorbansi hanya berbanding langsung dengan konsentrasi analit

dalam larutan sampel. Teknik-teknik analisisnya yaitu kurva kalibrasi, standar tunggal dan kurva adisi standar (Anonim, 2003).

Aspek kuantitatif dari metode spektrofotometri diterangkan oleh hukum Lambert-Beer, yaitu:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c \text{ atau } A = a \cdot b \cdot c$$

Keterangan :

A = Absorbansi

ϵ = Absorptivitas molar

a = Absorptivitas

b = Tebal nyala (nm)

c = Konsentrasi (mg/l)

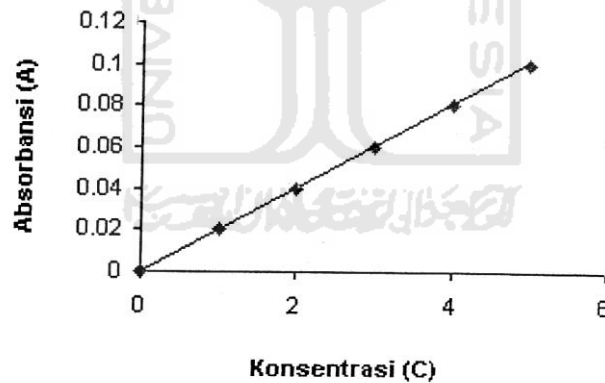
Absorpsivitas molar (ϵ) dan absorpsivitas (a) adalah suatu konstanta dan nilainya spesifik untuk jenis zat dan panjang gelombang tertentu, sedangkan tebal media (sel) dalam prakteknya tetap. Dengan demikian absorbansi suatu spesies akan merupakan fungsi linier dari konsentrasi, sehingga dengan mengukur absorbansi suatu spesies konsentrasinya dapat ditentukan dengan membandingkannya dengan konsentrasi larutan standar.

3.4.2 Teknik-teknik analisis

Dalam analisa secara spektrometri teknik yang biasa dipergunakan antara lain:

a. Metode kurva kalibrasi

Dalam metode kurva kalibrasi ini, dibuat seri larutan standard dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi dari larutan tersebut diukur dengan SSA. Selanjutnya membuat grafik antara konsentrasi (C) dengan Absorbansi (A) yang akan merupakan garis lurus melewati titik nol dengan slope = $\epsilon \cdot B$ atau slope = a.b seperti yang terlihat pada gambar 1, konsentrasi larutan sampel diukur dan diinterpolasi ke dalam kurva kalibrasi atau dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear pada kurva kalibrasi.



Gambar 1. Kurva kalibrasi

b. Metode standar tunggal

Metode ini sangat praktis karena hanya menggunakan satu larutan standar yang telah diketahui konsentrasinya (C_{std}). Selanjutnya absorpsi larutan standard (A_{std}) dan absorpsi larutan sampel (A_{sp}) diukur dengan spektrofotometri.

Dari hukum Beer diperoleh:

$$A_{\text{std}} = \epsilon \cdot B \cdot C_{\text{std}}$$

$$A_{\text{smp}} = \epsilon \cdot B \cdot C_{\text{smp}}$$

$$\epsilon \cdot B = A_{\text{std}}/C_{\text{std}}$$

$$\epsilon \cdot B = A_{\text{smp}}/C_{\text{smp}}$$

Sehingga:

$$A_{\text{std}}/C_{\text{std}} = A_{\text{smp}}/C_{\text{smp}}$$

$$C_{\text{smp}} = (A_{\text{smp}}/A_{\text{std}}) \cdot C_{\text{std}}$$

Dengan mengukur absorbansi larutan sampel dan standard, konsentrasi larutan sampel dapat dihitung.

c. Metode adisi standard

Metode ini dipakai secara luas karena mampu meminimalkan kesalahan yang disebabkan oleh perbedaan kondisi lingkungan (matriks) sampel dan standard. Dalam metode ini dua atau lebih sejumlah volume tertentu dari sampel dipindahkan ke dalam labu takar. Satu larutan diencerkan sampai volume tertentu, kemudian diukur absorbansinya tanpa ditambah dengan zat standard, sedangkan larutan yang lain sebelum diukur absorbansinya ditambah terlebih dulu dengan sejumlah tertentu larutan standard dan diencerkan seperti pada larutan yang pertama. Menurut hukum Beer akan berlaku hal-hal berikut:

$$A_x = k \cdot C_x;$$

$$A_T = k(C_s + C_x)$$

Keterangan :

C_x = konsentrasi zat sampel

C_s = konsentrasi zat standar yang ditambahkan ke larutan sampel

A_x = Absorbansi zat sampel (tanpa penambahan zat standar)

A_T = Absorbansi zat sampel + zat standar

Jika kedua persamaan di atas digabung, akan diperoleh:

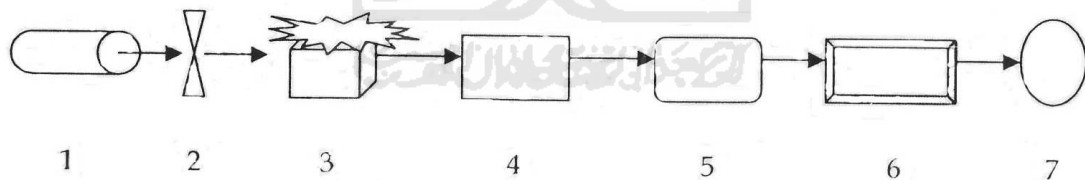
$$C_x = C_s \times \{A_x / (A_T - A_x)\}$$

Konsentrasi zat dalam sampel (C_x) dapat dihitung dengan mengukur A_x dan A_T dengan spektrofotometer. Jika dibuat suatu seri penambahan zat standar dapat pula dibuat suatu grafik antara A_T lawan C_s , garis lurus yang diperoleh diekstrapolasi ke $A_T = 0$, sehingga diperoleh:

$$C_x = C_s \times \{A_x / (0 - A_x)\} ; C_x = C_s \times (A_x / -A_x)$$

3.4.3 Instrumentasi Spektrofotometri Serapan Atom

Alat spektrofotometer serapan atom terdiri dari rangkaian dalam diagram skematik pada gambar 2 berikut:



Gambar 2. Diagram Spektrometri Serapan Atom (SSA)

- Keterangan :
1. Sumber sinar
 2. Pemilah (*Chopper*)
 3. Nyala
 4. Monokromator
 5. Detektor

6. Amplifier

7. Meter atau recorder

Komponen-komponen spektrofotometri serapan atom

1. Sumber Sinar

Sumber radiasi SSA adalah *hallow cathode lamp*. Setiap pengukuran dengan SSA kita harus menggunakan *hallow cathode lamp* khusus. *Hallow cathode* akan memancarkan energi radiasi yang sesuai dengan energi yang diperlukan untuk transisi elektron atom. *Hallow cathode lamp* terdiri dari katoda cekung yang silindris yang terbuat dari unsur yang sama yang akan dianalisis dan anoda yang terbuat dari tungsten. Dengan pemberian tegangan pada arus tertentu, logam mulai memijar dan atom-atom logam katodanya akan teruapkan dengan pemercikan. Atom akan tereksitasi kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu. (Khopkar, 1990)

2. Sumber atomisasi

Sumber atomisasi dibagi menjadi dua yaitu sistem nyala dan sistem tanpa nyala. Kebanyakan instrumen sumber atomisasinya adalah nyala dan sampel diintroduksikan dalam bentuk larutan. Sampel masuk ke nyala dalam bentuk aerosol. Aerosol biasa dihasilkan oleh nebulizer (pengabut) yang dihubungkan ke nyala oleh ruang penyemprot (*chamber spray*). Jenis nyala yang digunakan secara luas untuk pengukuran analitik adalah udara-asetilen dan nitrous oksida-asetilen seperti yang terlihat pada tabel 1. Dengan kedua jenis nyala ini, kondisi

analisis yang sesuai untuk kebanyakan analit dapat ditentukan dengan menggunakan metode-metode emisi, absorpsi dan juga fluoresensi.

Tabel 1. Temperatur nyala dengan berbagai bahan bakar

Bahan bakar	Oksidan	Temperatur maksimum (K)
Asetilen	Udara	2450
Asetilen	Nitrous oksida	2950
Asetilen	Oksigen	3100
Propana	Udara	1900

3. Monokromator

Monokromator merupakan alat yang berfungsi untuk memisahkan radiasi yang tidak diperlukan dari spektrum radiasi lain yang dihasilkan oleh *hallow cathode lamp*.

4. Detektor

Detektor merupakan alat yang mengubah energi cahaya menjadi energi listrik, yang memberikan suatu isyarat listrik berhubungan dengan daya radiasi yang diserap oleh permukaan yang peka.

5. Sistem pengolah

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

6. Sistem pembacaan

Sistem pembacaan merupakan bagian yang menampilkan suatu angka atau gambar yang dapat dibaca oleh mata.

Hollow cathode lamp (HCL), merupakan sumber radiasi dengan spektra yang tajam dan mengemisikan gelombang monokromatis. Lampu ini terdiri dari katoda cekung yang silindris yang terbuat dari unsur yang akan ditentukan atau campurannya (*alloy*) dan anoda yang terbuat dari tungsten. Elektroda-elektroda ini berasal dari tabung gelas dengan jendela quartz karena panjang gelombang emisinya sering berada pada daerah ultraviolet. Tabung gelas tersebut dibuat bertekanan rendah dan diisi dengan gas inert Ar atau Ne. Beda voltase yang cukup tinggi dikenakan pada kedua elektroda tersebut sehingga atom gas pada elektroda terionisasi. Ion positif ini dipercepat ke arah katoda dan ketika menabrak katoda menyebabkan beberapa logam pada katoda terpental dan berubah menjadi atom. Atom yang teruapkan ini karena tabrakan dengan ion gas yang berenergi tinggi, tereksitasi ke tingkat energi elektron yang lebih tinggi. Ketika kembali ke keadaan dasar atom-atom tersebut memancarkan sinar dengan alfa yang karakteristik untuk unsur dengan katoda tersebut. Berkas sinar yang diemisikan bergerak melalui nyala dan berkas dengan alfa tertentu yang dipilih dengan monokromator akan diserap oleh uap atom yang ada dalam nyala yang berasal dari sampel. Sinar yang diabsorpsi paling kuat biasanya adalah sinar yang berasal dari transisi elektron ke tingkat eksitasi terendah. Sinar ini disebut garis resonansi.

Sumber radiasi lain yang sering digunakan adalah *Electrodless Discharge Lamp*. Lampu ini mempunyai prinsip kerja hampir sama dengan HCL. Tetapi mempunyai output radiasi lebih tinggi dan biasanya digunakan untuk analisis unsur-unsur As dan Se, karena lampu HCL untuk unsur-unsur ini mempunyai sinyal yang lemah dan tidak stabil.

3.4.4 Gangguan dalam Spektrofotometri Serapan Atom

Berbagai faktor dapat mempengaruhi pancaran nyala suatu unsur tertentu dan menyebabkan gangguan pada penetapan konsentrasi unsur.

1. Gangguan fisik alat

Gangguan fisik adalah semua parameter yang dapat mempengaruhi kecepatan sampel sampai ke nyala dan sempurnanya atomisasi. Parameter-parameter tersebut adalah kecepatan alir gas, berubahnya viskositas sampel akibat temperatur nyala. Gangguan ini biasanya dikompensasi dengan lebih sering membuat kalibrasi atau standarisasi.

2. Gangguan ionisasi

Gangguan ionisasi ini biasa terjadi pada unsur-unsur alkali tanah dan beberapa unsur yang lain. Karena unsur-unsur tersebut mudah terionisasi dalam nyala. Dalam analisis dengan AAS yang diukur adalah emisi dan serapan atom yang tak terionisasi. Oleh sebab itu dengan adanya atom-atom yang terionisasi dalam nyala akan mengakibatkan sinyal yang ditangkap detektor menjadi berkurang.

Namun demikian gangguan ini bukan gangguan yang sifatnya serius, karena hanya sensitivitas dan linearitasnya saja yang terganggu. Gangguan ini dapat diatasi dengan menambahkan unsur-unsur yang mudah terionisasi ke dalam sampel sehingga akan menahan proses ionisasi dari unsur yang dianalisis.

3. Gangguan akibat pembentukan senyawa refraktori

Gangguan ini dapat diakibatkan oleh reaksi antara analit dengan senyawa kimia, biasanya anion, yang ada dalam larutan sampel sehingga terbentuk senyawa yang tahan panas (*refractory*). Sebagai contoh fosfat akan bereaksi dengan kalsium dalam nyala menghasilkan piropospat ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$). Hal ini menyebabkan absorpsi ataupun emisi atom kalsium dalam nyala menjadi berkurang. Gangguan ini dapat diatasi dengan menambahkan stronsium klorida atau lanthanum nitrat ke dalam larutan. Kedua logam ini mudah bereaksi dengan fosfat dibanding dengan kalsium sehingga reaksi antara kalsium dengan fosfat dapat dicegah atau diminimalkan. Gangguan ini dapat juga dihindari dengan menambahkan EDTA berlebih. EDTA akan membentuk kompleks kelat dengan kalsium, sehingga pembentukan senyawa refraktori dengan fosfat dapat dihindarkan. Selanjutnya kompleks Ca-EDTA akan terdisosiasi dalam nyala menjadi atom netral Ca yang menyerap sinar. Gangguan yang lebih serius terjadi apabila unsur-unsur seperti: Al, Ti, Mo, V dan lain-lain bereaksi dengan O dan OH dalam nyala menghasilkan logam oksida dan hidroksida yang tahan panas. Gangguan ini hanya dapat diatasi

dengan menaikkan temperatur nyala, sehingga nyala yang umum digunakan dalam kasus semacam ini adalah nitrous oksida-asetilen (Syahputra, 2004).

3.5 Validasi Alat Spektrofotometri Serapan Atom

Suatu metode analisis dalam spektrofotometri serapan atom dikatakan baik jika memiliki parameter yang baik. Parameter tersebut adalah limit deteksi, ketelitian dan ketepatan. Limit deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi suatu unsur yang dapat menghasilkan signal sebesar tiga kali standar deviasi *signal back ground*. Untuk mengetahui apakah metode analisis spektrofotometri serapan atom mempunyai limit deteksi yang baik atau tidak. Uji statistik akan memperjelas ini dengan menggunakan persamaan 1 dan 2 (Miller and Miller, 1991).

$$\text{LOD} = 3 S_d + a \dots\dots\dots 1$$

$$S_d = \sqrt{\frac{\sum(y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}} \dots\dots\dots 2$$

Dimana : LOD = Limit of Detection a = nilai intersep

Sd = Standar Deviasi

n = Jumlah data analisis

\hat{y} dapat dihitung dari persamaan regresinya yang dimana setiap konsentrasi (X) dimasukkan dalam persamaan regresi tersebut $Y = \hat{y} = b x + a$.

Ketepatan suatu metode analisis merupakan suatu ukuran yang menggambarkan kesesuaian antara data yang dihasilkan dalam analisis dengan metode yang digunakan. Untuk mengetahui apakah metode mempunyai ketepatan

yang baik atau tidak, uji statistik akan memperjelas hal ini. Untuk mengetahui tingkat kesalahan suatu metode dapat ditentukan dari persamaan 3 sebagai berikut:

$$Se = \frac{\sqrt{\sum yi^2 - a \sum yi - b \sum xi.yi}}{n-2} \dots\dots\dots 3$$

Dimana:

Se = kesalahan standar estimasi

yi = absorbansi

x = konsentrasi

n = jumlah data

Ketelitian suatu metode analisis spektrofotometri serapan atom menggambarkan kesesuaian antara beberapa hasil yang diukur dengan cara yang sama. Ketelitian suatu metode analisis spektrofotometri serapan atom dapat dilihat dari hubungan kausitas diantara data-data yang dihasilkan dari suatu metoda tersebut. Untuk mengetahui apakah suatu metoda analisis spektrofotometri serapan atom memiliki tingkat ketelitian yang baik atau tidak. Uji statistik akan memperjelas hal ini. Untuk mengukur tingkat ketelitian metoda spektrofotometri serapan atom dilakukan dari data larutan standar yang diinterpolasi kedalam suatu uji statistik dengan menggunakan tingkat signifikansi satu persen yang dapat dihitung dari persamaan 4 dan 5 berikut:

$$t \text{ hitung} = t = \frac{b-\beta}{sb} \dots\dots\dots 4$$

$$Sb = \frac{Se}{\sqrt{\sum xi^2 - \frac{(\sum xi)^2}{n}}} \dots\dots\dots 5$$

Dimana:

$b = \text{slope}$

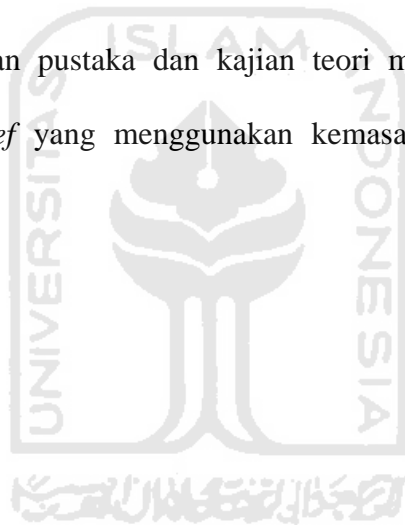
$\beta = \text{hipotesis nol}$

$S_b = \text{kesalahan standart koefisien regresi}$

$S_e = \text{kesalahan standar estimasi}$

5.6 Hipotesis

Berdasarkan tinjauan pustaka dan kajian teori maka didapatkan hipotesis bahwa sampel *corned beef* yang menggunakan kemasan kaleng terdapat logam timbal, seng dan timah.



BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1. Alat-alat :

1. *Atomic Absorption Spectrophotometry* Perkin-Elmer 5100PC
2. *Atomic Absorption Spectrophotometry* Perkin-Elmer 3100PC
3. Cawan porselen
4. *Hot plate*
5. Peralatan gelas Laboratorium
6. Neraca analitik.
7. Kertas Saring Whatman 42

4.1.2. Bahan-bahan :

1. Larutan standar Sn merek Spektrosol
2. Larutan standar Pb merek Spektrosol
3. Larutan standar Zn merek Spektrosol
4. Larutan Asam Nitrat (HNO_3) pekat
5. Aquabides
6. Aquadest
7. Sampel : Daging kornet kemasan kaleng

4.2 Cara Kerja

4.2.1 Metode Sampling

Pada penelitian ini metode sampling yang digunakan yaitu metode sampling random di mana cara pengambilan sampel dari satu populasi dan setiap populasi memiliki kesempatan yang sama untuk dipilih sebagai sampel.

a. Populasi Sasaran

Populasi yang di pilih adalah daging sapi kornet kemasan kaleng yang di beli dari Toko kelontongan dengan merek “x” dan di beri label atau kode (sampel A, sampel B, dan sampel C) sedangkan yang dibeli dari Supermarket di beri label atau kode (sampel D, sampel E dan sampel F), dan masing-masing produk memiliki masa kadaluarsa bulan Juni 2008, Agustus 2008, dan Oktober 2008.

b. Variabel

Pada penelitian ini variabel yang di ambil adalah :

- a. Tempat Penyimpanan Sampel
- b. Masa Kadaluarsa pada masing-masing sampel
- c. Batasan Masalah

Dalam penelitian ini batasan masalahnya pada analisis kandungan logam timbal, seng dan timah dalam sampel daging sapi kornet yang di beli pada tempat berbeda yaitu toko kelontong dan supermarket yang ada di Yogyakarta dengan batas

kadaluarsa yang berbeda (Juni 2008, Agustus 2008, dan Oktober 2008) di analisis dengan menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom (Mustafa, 2000).

4.2.2 Jenis Sampel

Sampel yang dipakai adalah *corned beef* yang dikemas dalam kaleng, sampel di ambil secara acak pada toko kelontongan dan supermarket yang ada di Yogyakarta dengan variasi masa kadaluarsa dan tempat penyimpanan sampel.

Sampel yang di beli di Toko kelontongan :

Sampel A : *corned beef* yang masa kadaluarsanya Juni 2008

Sampel B : *corned beef* yang masa kadaluarsanya Agustus 2008

Sampel C : *corned beef* yang masa kadaluarsanya Oktober 2008

Sampel yang di beli di Supermarket :

Sampel D : *corned beef* yang masa kadaluarsanya Juni 2008

Sampel E : *corned beef* yang masa kadaluarsanya Agustus 2008

Sampel F : *corned beef* yang masa kadaluarsanya Oktober 2008

4.2.3 Pembuatan Larutan

4.2.3.1 Pembuatan Larutan Standar Pb

Larutan standar Pb induk 1000 mg/L dibuat dari larutan dengan merek dagang spektrosol. Larutan Pb 10 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,1 ml larutan baku 1000 mg/L ke dalam labu ukur 10 ml kemudian diencerkan sampai batas. Larutan

standar 0,5 mg/L, 1,0 mg/L, 2,0 mg/L, 3,0 mg/L dan 4,0 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,5 ml; 1 ml; 2 ml; 3 ml dan 4 ml larutan baku 10 mg/L ke dalam labu ukur 10 ml kemudian diencerkan sampai batas.

4.2.3.2 Pembuatan Larutan Standar Sn

Larutan standar Sn induk 1000 mg/L dibuat dari larutan dengan merek dagang spektrosol. Larutan Sn 100 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 ml larutan baku 1000 mg/L ke dalam labu ukur 10 ml kemudian diencerkan sampai batas. Larutan standar 10,0 mg/L, 20,0 mg/L, 30,0 ml/L, 40,0 mg/L dan 50,0 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 ml; 2 ml ; 3 ml ; 4 ml dan 5 ml larutan baku 100 mg/L ke dalam labu ukur 10 ml kemudian diencerkan sampai batas.

4.2.3.3 Pembuatan Larutan Standar Zn

Larutan standar Zn induk 1000 mg/L dibuat dari larutan dengan merek dagang spektrosol. Larutan Zn 10 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,1 ml larutan baku 1000 mg/L ke dalam labu ukur 10 ml kemudian diencerkan sampai batas. Larutan standar 0,2 mg/L, 0,4 mg/L, 0,6 mg/L, 0,8 mg/L dan 1,0 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,2 ml; 0,4 ml; 0,6 ml; 0,8 ml dan 1 ml larutan baku 10 mg/L ke dalam labu ukur 10 ml kemudian diencerkan sampai batas.

Larutan standar Pb dibuat dengan cara pengenceran dari larutan induk 1000 mg/L dengan rumus sebagai berikut :

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

4.2.4 Preparasi Sampel

Ditimbang dengan tepat sebanyak 10 gr sampel *corned beef* dan dimasukkan ke dalam gelas beker 250 ml, kemudian ditambah dengan 20 ml aquades dan 5 ml HNO_3 . Larutan dipanaskan selama 1 menit pada *hot plate* atau sampai sampel menguap. Kemudian di dinginkan. Saring dengan kertas saring Whatman 42 kemudian larutan dipindahkan ke dalam labu ukur 50 ml setelah itu ditambahkan aquades hingga volumenya tepat 50 ml, kemudian dianalisis dengan SSA (S. James, 1999).

4.2.5 Pembuatan Kurva Standar

Diambil larutan standar Pb, Sn dan Zn dengan masing-masing konsentrasi, lalu pada masing-masing larutan standar tersebut diamati absorbansinya Pb pada panjang gelombang 283,3 nm, Sn pada panjang gelombang 224,6 nm, dan Zn pada panjang gelombang 213,9 nm. Kemudian dari data yang diperoleh dibuat ke dalam bentuk kurva hubungan antara konsentrasi (C) Pb standar, Sn standar, Zn standar dengan absorbansinya (A) sehingga diperoleh kurva standar berupa garis lurus.

Setelah didapatkan kurva kemudian ditentukan slope (B) dan intersep (A). Kemudian ditentukan konsentrasi larutannya dengan menggunakan persamaan lambert beer :

$$Y = B \cdot X + A$$

Dimana : Y = absorbansi sampel

X = konsentrasi sampel

B = slope

A = intersep

Setelah didapatkan nilai konsentrasinya, maka dapat dicari konsentrasi sebenarnya dengan rumus :

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{\text{Konsentrasi sampel} \times \text{Faktor pengenceran} \times \text{volume pengenceran}}{\text{Berat sampel}}$$

4.2.6 Kondisi Pengukuran Alat Spektroskopi Serapan Atom

4.2.6.1 Kondisi untuk Logam Pb

Pengukuran konsentrasi 1,0 ppm Pb larutan diukur pada :

1. Panjang gelombang pada 283,3 nm
2. Laju alir asetilen pada 2,0 L/menit
3. Laju alir udara pada 10,0 L/menit
4. Lebar celah pada 0,7 nm

4.2.6.2 Kondisi untuk Logam Sn

Pengukuran konsentrasi 1,0 ppm Sn larutan diukur pada :

1. Panjang gelombang pada 224,6 nm
2. Laju alir asetilen pada 4,0 L/menit

3. Laju alir udara pada 6 L/menit

4. Lebar celah pada 0,2 nm

4.2.6.3 Kondisi untuk Logam Zn

Pengukuran konsentrasi 1,0 ppm Zn larutan diukur pada :

1. Panjang gelombang pada 213,9 nm

2. Laju alir asetilen pada 2,0 L/menit

3. Laju alir udara pada 10 L/menit

4. Lebar celah pada 0,7 nm



BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1 Optimasi Peralatan Spektrofotometri Serapan Atom

Alat spektrofotometri serapan atom perlu di optimasi terlebih dahulu untuk memperoleh hasil analisis yang baik. Dengan dilakukannya optimasi alat maka akan diperoleh populasi atom pada tingkat tenaga dasar yang paling banyak dalam nyala api yang dilewati oleh radiasi. Atom-atom akan menyerap tenaga radiasi yang khas untuk atom-atom tersebut dan kemudian berubah ke keadaan tereksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar maka radiasi yang diserap makin banyak pula. Pada kondisi yang optimum akan diperoleh serapan yang maksimum.

Parameter-parameter yang dioptimasi adalah panjang gelombang, laju alir asetilen, laju alir udara, kuat arus lampu katoda cekung, dan lebar celah. Pada kondisi yang optimum perubahan serapan akibat perubahan konsentrasi akan lebih sensitif.

Apabila atom pada tingkat energi dasar diberi energi yang sesuai maka energi tersebut akan diserap dan atom-atom tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Pada keadaan tereksitasi, atom tidak stabil sehingga akan kembali ke tingkat energi dasar dengan melepas sejumlah energi dalam bentuk sinar. Kondisi optimum peralatan spektrofotometri serapan atom disajikan pada table 2.

Table 2. Kondisi optimum peralatan SSA Perkin-Elmer 5100 PC untuk logam Pb, dan Zn dan SSA Perkin-Elmer 3100 PC untuk logam Sn pada sampel *corned beef*

NO.	Parameter	Kondisi Optimum		
		Pb	Zn	Sn
1	Panjang gelombang	283,3 nm	213,9 nm	224,6 nm
2	Laju alir asetilen	2,0 L/menit	2,0 L/menit	4,0 L/menit
3	Laju alir udara	10 L/menit	10 L/menit	6 L/menit
4	Kuat arus lampu katoda cekung	10 μ A	10 μ A	15 μ A
5	Lebar celah	0,7 nm	0,7 nm	0,2 nm
6	Tinggi burner	2 mm	2 mm	4 mm

Pada penentuan kandungan logam Pb, Zn dan Sn dalam *corned beef* dilakukan pada panjang gelombang untuk Pb 283,3 nm; Zn 213,9 nm dan Sn 224,6 nm. Panjang gelombang ini merupakan panjang gelombang optimum untuk logam Pb, Zn dan Sn yang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi karena pada panjang gelombang memiliki energi yang besar yaitu Pb $7,0134 \cdot 10^{-19}$ joule, untuk Zn $9,2889 \cdot 10^{-19}$ joule dan untuk Sn $8,846 \cdot 10^{-19}$ joule. Perhitungan selengkapnya tersaji pada lampiran 1.

Bagian katoda yang berbentuk cekung dilapisi logam yang sesuai dengan logam yang akan di analisis. Anoda diberi tegangan sehingga bila sejumlah kecil arus yang besarnya beberapa mA diberikan di antara katoda dan anoda akan mengakibatkan gas argon yang ada di dalam tabung akan mengalami ionisasi, akibatnya ion gas argon tersebut akan tertarik ke arah katoda (yang bermuatan

negatif) dengan kecepatan yang sangat tinggi dan terjadi tumbukan yang mengakibatkan tereksitasinya atom-atom logam yang bersangkutan. Dalam hal ini berlaku hukum emisi atom yang menyatakan bila atom mempunyai kelebihan tenaga maka akan melepaskan kembali tenaga yang berupa sinar panjang gelombang yang karakteristik. Dengan demikian sinar dari lampu katoda cekung ini mempunyai spectrum yang spesifik sesuai dengan panjang gelombangnya yaitu Pb, Zn dan Sn.

Kuat arus lampu katoda cekung yang dianjurkan tergantung pada unsur yang akan di analisis dan bervariasi dari 3-25 mA. Pemakaian kuat arus di usahakan seoptimal mungkin, karena pemberian kuat arus yang terlalu rendah akan menyebabkan intensitas lampu menjadi terlalu rendah sehingga energi yang diberikan juga rendah.

Efisiensi lampu katoda cekung bergantung pada bentuk geometri dari katodanya dan besarnya tegangan atau arus yang diberikan. Peningkatan pemberian arus pada lampu katoda, pada umumnya akan meningkatkan intensitasnya, tetapi akan mengurangi umur dari lampu tersebut. Walaupun demikian peningkatan intensitas ini ada batasnya, karena hal sebaliknya mungkin saja terjadi, yaitu pemberian arus yang terlalu tinggi akan mengakibatkan terjadinya peningkatan jumlah atom-atom yang tidak tereksitasi dalam awan atom dan menyerap emisi yang dipancarkan sehingga dapat terjadi apa yang disebut penyerapan diri dan hal ini dapat mengurangi intensitas.

Laju alir asetilen-udara yang digunakan sebagai bahan pembakar dan oksida untuk logam Pb berturut-turut adalah 2,0 L/menit dan 10,0 L/menit, untuk logam Zn adalah 2,0 L/menit dan 10 L/menit dan untuk logam Sn adalah 4,0 L/menit dan 6 L/menit dengan absorbansi maksimum untuk Pb 283,3 nm, Zn 213,9 nm dan Sn 224,6 nm. Asetilen-udara berfungsi membawa sampel dalam bentuk larutan agar masuk ke dalam sistem pengkabutan yang akan mengubah sampel larutan menjadi aerosol halus (uap) yang siap masuk ke dalam system nyala untuk atomisasi. Beberapa kelebihan gas pembakar dan oksidator asetilen-udara yaitu dapat memberikan hasil yang maksimal, digunakan untuk berbagai unsur dan memiliki sensitivitas dan kecermatan yang tinggi. Laju alir gas pembakar dan oksidator yang dibutuhkan tergantung pada ukuran pembakar (burner dan komponen-komponen sampel).

Lebar celah dapat mengontrol gangguan spektra tertentu, misalnya garis-garis yang terabsorpsi dari gas pengisi lampu katoda cekung, garis-garis yang tidak teradsorpsi dari logam katoda, dan pita-pita molekul dalam nyala. Pengaturan sinar yang masuk mengurangi gangguan ini, tetapi tidak seluruhnya efektif. Gangguan-gangguan ini dapat dikontrol dengan mengurangi lebar celah. Lebar celah yang baik sekitar 10 μm yang dapat menghasilkan setengah lebar intensitas dari garis yang dipancarkan oleh lampu katoda cekung melalui pita molekul. Pada penelitian ini kondisi optimum lebar celah adalah 0,7 nm untuk Pb, 0,2 nm untuk Sn dan 0,7 nm untuk Zn, lebar celah masing-masing logam memiliki ukuran lebih kecil dari 10 μm ,

ini menunjukkan bahwa ukuran lebar celah lebih kecil, sehingga masing-masing lebar celah lebih efektif untuk mengurangi adanya gangguan spectra. Semakin kecil lebar celah yang dilakukan akan memperkecil gangguan spektranya (Slavin, 1978).

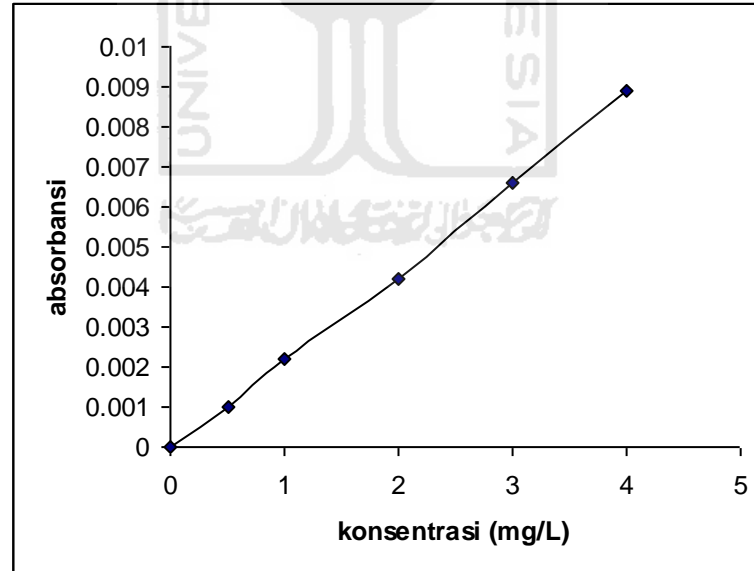
Lebar celah monokromator harus dipilih untuk mengoptimasi *signal to noise ratio*. Lebar celah dalam spektrofotometri serapan atom harus sebesar yang diperlukan untuk mengisolasi garis spektra yang digunakan (garis resonansi). Lebar celah yang sangat sempit diperlukan hanya bila spektra emisi sumber radiasi adalah sangat kompleks dan memiliki garis resonansi yang akan digunakan (Narsito, 1992).

Larutan standar Pb di buat dengan konsentrasi 0,0 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L dan 4,0 mg/L dari larutan induk Pb 1000 mg/L yaitu dengan cara pengenceran. Untuk perhitungan selanjutnya disajikan pada lampiran 2. Kemudian masing-masing konsentrasi larutan standar Pb dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom, dari absorbansi yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi yang merupakan garis lurus antara konsentrasi versus absorbansi. Absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum. Data hasil pengukuran larutan standar Pb disajikan pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil pengukuran larutan standar Pb

NO.	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1.	0	0,0000
2.	0,5	0,0010
3.	1,0	0,0022
4.	2,0	0,0042
5.	3,0	0,0066
6.	4,0	0,0089

Dari data larutan standar diatas, maka dapat dibuat kurva kalibrasi konsentrasi versus absorbansi. Hasil pengukuran pengukuran larutan standar dapat disajikan gambar 3 berikut.



Gambar 3. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Pb

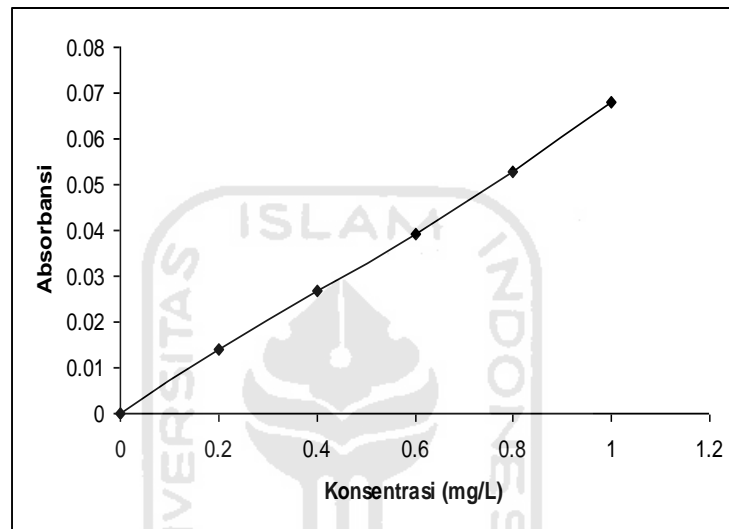
Dari hasil pengukuran didapat kurva kalibrasi standar linier, kurva kalibrasi ini nantinya digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel yang terukur sebenarnya dengan menggunakan persamaan regresi linier yaitu $Y = bx + a$, maka diperoleh b (Slope) = 0,00222526 dan a (intersep) = -0,0000775438. Persamaan liniernya adalah $Y = 0,00222526 x - 0,0000775438$ dimana Y adalah absorbansi dan X adalah konsentrasi.

Larutan standar Zn di buat dengan konsentrasi 0,0 mg/L; 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L; 0,8 mg/L dan 1,0 mg/L dari larutan induk Zn 1000 mg/L yaitu dengan cara pengenceran. Untuk perhitungan selanjutnya disajikan pada lampiran 2. Kemudian masing-masing konsentrasi larutan standar Zn dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom, dari absorbansi yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi yang merupakan garis lurus antara konsentrasi versus absorbansi. Absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum. Data hasil pengukuran larutan standar Pb disajikan pada tabel 4.

Tabel 4. Hasil pengukuran larutan standar Zn

NO.	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1.	0	0,0000
2.	0,2	0,0140
3.	0,4	0,0270
4.	0,6	0,0394
5.	0,8	0,0527
6	1,0	0,0680

Dari data larutan standar diatas, maka dapat dibuat kurva kalibrasi konsentrasi versus absorbansi. Hasil pengukuran pengukuran larutan standar dapat disajikan gambar 4 berikut.



Gambar 4. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Zn

Dari hasil pengukuran didapat kurva kalibrasi standar linier, kurva kalibrasi ini nantinya digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel yang terukur sebenarnya dengan menggunakan persamaan regresi linier yaitu $Y = bx + a$, maka diperoleh b (Slope) = 0,066928 dan a (intersep) = 0,00005238. Persamaan liniernya adalah $Y = 0,066928 x + 0,00005238$ dimana Y adalah absorbansi dan X adalah konsentrasi.

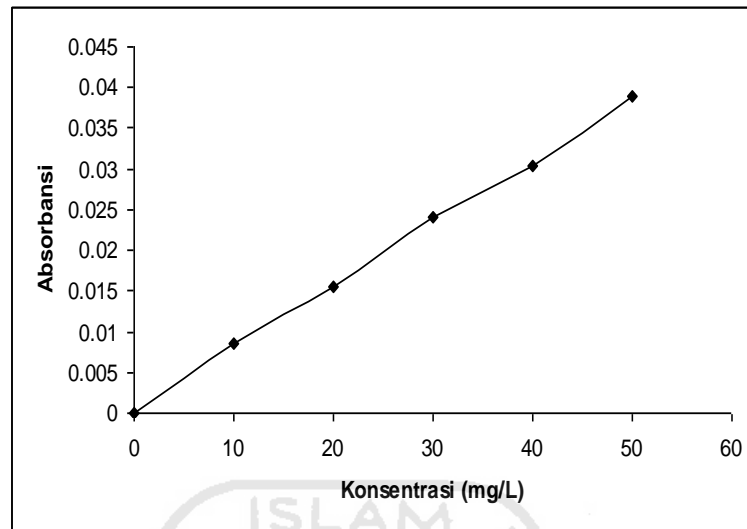
Larutan standar Sn di buat dengan konsentrasi 0,0 mg/L; 10 mg/L; 20 mg/L; 30 mg/L; 40 mg/L dan 50 mg/L dari larutan induk Sn 1000 mg/L yaitu dengan cara

pengenceran. Untuk perhitungan selanjutnya disajikan pada lampiran 2. Kemudian masing-masing konsentrasi larutan standar Sn dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom, dari absorbansi yang diperoleh kemudian dibuat kurva kalibrasi yang merupakan garis lurus antara konsentrasi versus absorbansi. Absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum. Data hasil pengukuran larutan standar Sn disajikan pada tabel 5.

Tabel 5. Hasil pengukuran larutan standar Sn

NO.	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1.	0	0,0000
2.	10	0,0085
3.	20	0,0156
4.	30	0,0240
5.	40	0,0303
6	50	0,0390

Dari data larutan standar diatas, maka dapat dibuat kurva kalibrasi konsentrasi versus absorbansi. Hasil pengukuran pengukuran larutan standar dapat disajikan gambar 5 berikut.



Gambar 5. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Sn

Dari hasil pengukuran didapat kurva kalibrasi standar linier, kurva kalibrasi ini nantinya digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel yang terukur sebenarnya dengan menggunakan persamaan regresi linier yaitu $Y = bx + a$, maka diperoleh b (Slope) = 0,000768 dan a (intersep) = 0,0003667. perhitungan disajikan pada lampiran. Persamaan liniernya adalah $Y = 0,000768 X + 0,0003667$ dimana Y adalah absorbansi dan X adalah konsentrasi.

5.2 Validasi Alat Spektrofotometri Serapan Atom

Suatu metode analisis dalam spektrofotometri serapan atom dikatakan baik jika memiliki parameter yang baik. Parameter tersebut adalah limit deteksi, ketelitian dan ketepatan. Semuanya dapat dihitung dari data larutan standar, hasil perhitungan disajikan dalam table 6 berikut:

Tabel 6. Parameter Spektrofotometri Serapan Atom

NO.	Parameter	Hasil Perhitungan		
		Pb	Zn	Sn
1	Limit deteksi	$5,344 \cdot 10^{-5}$	$9,945 \cdot 10^{-4}$	0,0242
2	Ketepatan	99,98 %	99,89 %	99,95 %

Limit deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi suatu unsur yang dapat menghasilkan signal sebesar tiga kali standar deviasi signal *back ground*. Dari perhitungan ini didapat limit deteksi spektrofotometri serapan atom untuk logam Pb sebesar $5,344 \cdot 10^{-5}$, logam Zn sebesar $9,945 \cdot 10^{-4}$ dan logam Sn sebesar 0,0242.

Ketepatan suatu metode analisis merupakan suatu ukuran yang menggambarkan kesesuaian antara data yang dihasilkan dalam analisis dengan metode yang digunakan. Ketepatan suatu analisis sangat ditentukan oleh ada tidaknya kesalahan sistematik sebelum berlangsungnya analisis tersebut, apabila tidak terdapat kesalahan sistematik selama analisis berlangsung, metode spektrofotometri serapan atom dapat menghasilkan data analisis dengan ketepatan tinggi. Dari perhitungan didapat kesalahan standar estimasi (Se) untuk logam Pb sebesar $2,197 \cdot 10^{-2}$ % sehingga ketepatannya 99,98%, untuk logam Zn tingkat kesalahannya sebesar 0,103 % sehingga ketepatannya 99,89 %, dan untuk logam Sn tingkat kesalahannya sebesar 0,04868 % sehingga ketepatannya 99,95 %.

Jika nilai t hitung lebih besar dari t tabel maka metoda analisis tersebut dapat dikatakan teliti. Dari uji statistik yang digunakan maka diperoleh hasil sebagai berikut

Untuk logam Pb t hitung = 21,56 dengan menggunakan tingkat kepercayaan 95 % maka data tersebut mendukung H_0 atau t hitung $>$ t table (2,57) sehingga alat SSA teliti. Untuk logam Zn t hitung = 38,91 dengan menggunakan tingkat kepercayaan 95 % maka data tersebut mendukung H_0 atau t hitung $>$ t table (2,57) sehingga alat SSA teliti. Untuk logam Sn t hitung = 44,96 dengan menggunakan tingkat kepercayaan 95 % maka data tersebut mendukung H_0 atau t hitung $>$ t tabel (2,57) sehingga alat SSA teliti.

5.3 Sampling

Pada penelitian ini metode sampling yang digunakan adalah metode sampling *non probability*, dimana sampel terdiri dari dua kelompok yaitu sampel *corned beef* yang dibeli pada toko kelontongan dan sampel *corned beef* yang dibeli pada supermarket dengan merek, batch dan variasi konsentrasi yang sama. Perbedaan toko kelontongan dan supermarket secara umum yaitu pada cara penyimpanan sampel dimana pada toko kelontongan sampel diletakkan pada rak kayu, ruangan tidak menggunakan AC atau kipas angin dan sampel biasanya terkena sinar matahari sedangkan pada supermarket sampel diletakkan pada rak besi, ruangan menggunakan AC, dan sampel dijaga agar tidak terkena sinar matahari.

Untuk sampel yang dibeli pada toko kelontongan diberi tanda KA, KB, dan KC dan pada supermarket diberi tanda SD, SE, SF. Untuk KA dan SD adalah sampel kornet beef dengan merek “X” dengan batch CPB 325 dan masa kadaluarsa bulan

juni 2008, untuk KB dan SE adalah sampel kornet beef dengan merek “X” dengan batch CPB 325 dan masa kadaluarsa bulan agustus 2008, dan untuk KC dan SF adalah sampel kornet beef dengan merek “X” dengan batch CPB 325 dan masa kadaluarsa bulan oktober 2008.

5.4 Penentuan Konsentrasi Pb, Zn dan Sn dalam Kornet Beef Dengan Spektrofotometri Serapan Atom

Pada penelitian ini menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) untuk mengetahui kadar logam berat Pb, Zn dan Sn yang terkandung dalam dalam sampel *corned beef*. Untuk logam Pb dan Zn menggunakan alat SSA Perkin-Elmer 5100PC yang ada di UII dan untuk logam Sn menggunakan alat SSA Perkin-Elmer 3100PC yang ada di UGM. Adanya logam berat dalam daging kaleng sangat berbahaya bagi manusia, apalagi keberadaan logam berat yang berlebih dalam makanan sudah dilarang oleh pemerintah karena sangat berbahaya bagi kesehatan manusia baik dalam jangka pendek maupun jangka panjang. Keberadaan logam Pb, Zn dan Sn mungkin akibat korosi yang dapat terjadi pada kaleng.

Sedangkan bahan-bahan yang menyebabkan korosi adalah bahan yang terdiri dari asam, basa, serta garam baik dalam bentuk senyawa anorganik maupun organik. Faktor yang berpengaruh terhadap korosi dapat dibedakan menjadi dua, yaitu yang berasal dari bahan itu sendiri dan dari lingkungan. Faktor dari bahan adalah kemurnian bahan, teknik pencampuran bahan dan sebagainya. Sedangkan beberapa

faktor yang menentukan besarnya korosi pada kaleng bagian dalam adalah pH makanan dalam kaleng, tingginya sisa oksigen dalam makanan, jenis kaleng dan jenis lapisan penahan korosi, suhu dan lama penyimpanan. Sedangkan besarnya korosi pada bagian luar ditentukan antara lain oleh jenis kaleng dan tipisnya lapisan timah.

Analisis dengan spektrofotometri serapan atom memerlukan sampel dalam bentuk larutan. Oleh karena itu, sampel-sampel organik harus didestruksi terlebih dahulu, *corned beef* merupakan sampel organik. Diharapkan dengan melakukan destruksi yang tertinggal hanya logam-logamnya saja. Proses ini sangat penting karena akan sangat menentukan berhasil atau tidaknya analisis.

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah *corned beef* yang merupakan sampel organik, sehingga untuk dapat menentukan kandungan logam timbal, seng dan timah yang ada dalam kornet beef tersebut perlu dilakukan destruksi terlebih dahulu. Destruksi yang dilakukan adalah destruksi basah, dengan destruktur HNO_3 pekat, karena HNO_3 dapat digunakan untuk menghancurkan bahan-bahan organik. Dengan menggunakan destruksi ini diharapkan agar hasil yang diperoleh maksimal, proses destruksi ini perlu dilakukan dengan hati-hati karena kesalahan metode analisis sangat berhubungan dengan proses destruksi sampel dan optimasi alat SSA. Pada penentuan logam Pb, Zn dan Sn dalam sampel *corned beef* dengan menggunakan SSA nyala, yaitu udara sebagai oksidan dan asetilen sebagai bahan bakar. Larutan sampel dilewatkan pada nyala sehingga terbentuk uap atom yang akan dianalisis dan akan menyerap radiasi sinar yang dihasilkan HCL, sinar akan

melalui monokromator untuk memilih panjang gelombang kemudian masuk dalam detektor dan absorbansi sampel akan terbaca dalam sistem pembacaan alat.

Kondisi yang ideal untuk suatu analisis menggunakan metode nyala SSA adalah larutan sampel yang dianalisis harus memenuhi ketentuan bahwa larutan sampel harus berada dalam matrik yang identik dengan larutan standar. Dari hasil penelitian didapatkan data absorbansi dan konsentrasi sampel, kemudian hasil Absorbansi yang didapat dari masing-masing parameter dimasukkan ke dalam kurva kalibrasi larutan standar Pb, Zn dan Sn maka didapatkan kadar Pb, Zn dan Sn dalam kurva kalibrasi dengan satuan mg/L.

Tabel 7. Absorbansi dan konsentrasi sampel kornet beef untuk logam Pb

No	Sampel	Absorbansi	Konsentrasi Sampel (mg/L)	Konsentrasi Yang Sebenarnya (mg/kg)	Batas maksimum pencemaran logam Pb dari BPOM (mg/kg)
1	KA	0,0002	0,1247	0,6235	2,0
2	KB	0,0002	0,1247	0,6235	
3	KC	0,0005	0,2595	1,2975	
4	SD	0,0002	0,1247	0,6235	
5	SE	0,0000	0,0348	0,174	
6	SF	0,0000	0,0348	0,174	

Keterangan :

KA dan SD adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan juni 2008

KB dan SE adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan agustus 2008

KC dan SF adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan oktober 2008

LD (limit deteksi) logam Pb = $5,344.10^{-5}$

Analisis logam berat Pb dalam seluruh sampel menunjukkan hasil serapan yang berkisar antara 0,0000 – 0,0005 atau dapat dikatakan pencemaran logam berat

Pb sangat kecil. Kecilnya kandungan logam Pb yang terdapat dalam *corned beef* dan masih dibawah batas ambang yang telah ditetapkan oleh BPOM yaitu 2,0 mg/kg kemungkinan ditimbulkan dari solder pada bagian sambungan badan kaleng (*soldered side seam*) dan sedikitnya kandungan logam yang terdapat pada *corned beef* tidak lepas dari sempurnanya proses penyambungan itu sendiri. Bagian dalam kaleng yang sudah dibersihkan tidak memperlihatkan adanya bekas cipratan mengembang. Secara keseluruhan kaleng pengemas sampel yang diteliti memiliki solderan yang baik, rata dan rapih. Hal inilah yang menyebabkan sampel terbebas dari kontaminasi logam berat Pb yang berlebih. Sampel yang dibeli pada toko kelontongan dan supermarket tidak terdapat peningkatan kadar yang signifikan, ini berarti bahwa tidak adanya pengaruh penyimpanan terhadap besarnya kadar logam Pb yang ada pada kornet beef.

Meskipun hasil penelitian kandungan logam berat Pb masih dibawah batas ambang yang ditetapkan oleh BPOM tetapi perlu diwaspadai bahwa logam Pb dapat terakumulasi dalam tubuh manusia karena tubuh manusia tidak membutuhkan logam Pb.

Tabel 8. Absorbansi dan konsentrasi sampel kornet beef untuk logam Zn

No	Sampel	Absorbansi	Konsentrasi Sampel (mg/L)	Konsentrasi yang Sebenarnya (mg/kg)	Batas Pencemaran Logam Zn dari BPOM (mg/kg)
1	KA	0,0238	0,3548	17,74	40,0
2	KB	0,0125	0,1860	9,3	
3	KC	0,0259	0,3862	19,31	
4	SD	0,0235	0,3503	17,515	
5	SE	0,0127	0,1890	9,45	
6	SF	0,0135	0,2009	10,045	

Keterangan :

KA dan SD adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan juni 2008

KB dan SE adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan agustus 2008

KC dan SF adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan oktober 2008

LD (limit deteksi) logam Zn = $9,945 \cdot 10^{-4}$

Analisis logam Zn dalam sampel menunjukkan hasil yang bervariasi, ini disebabkan karena dalam daging itu sendiri sudah terdapat kandungan logam Zn. Karena manusia membutuhkan sekitar 2 gram seng per harinya, dalam tubuh manusia seng sangat esensial bagi enzim, selain itu seng berfungsi membantu pertumbuhan, seng juga membantu dalam penyembuhan luka dan diperkirakan seng diperlukan juga untuk mobilisasi vitamin A dari tempat penyimpanan hati. Walaupun seng diperlukan oleh tubuh manusia, kelebihan seng juga dapat menyebabkan gangguan kesehatan.

Tabel 9. Absorbansi dan konsentrasi sampel kornet beef untuk logam Sn

No	Sampel	Absorbansi	Konsentrasi Sampel (mg/l)	Konsentrasi yang Sebenarnya (mg/kg)	Batas Pencemaran Logam Sn dari BPOM (mg/kg)
1	KA	0,0003	ttd	ttd	40,0
2	KB	0,00026	ttd	ttd	
3	KC	0,0001	ttd	ttd	
4	SD	0,0002	ttd	ttd	
5	SE	0,00003	ttd	ttd	
6	SF	0,0002	ttd	ttd	

Keterangan :

KA dan SD adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan juni 2008

KB dan SE adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan agustus 2008

KC dan SF adalah sampel kornet beef dengan masa kadaluarsa bulan oktober 2008

LD (limit deteksi) logam Sn =0,0242

Ttd = tidak terdeteksi (di bawah limit deteksi alat)

Hasil analisis logam berat Sn dalam sampel *corned beef*, seperti tercantum dalam Tabel, analisis logam berat Sn dalam seluruh sampel menunjukkan tidak terdeteksi atau di bawah limit deteksi alat. Bersihnya sampel dari cemaran logam berat Sn yang semula dicurigai ditimbulkan dari kemasan kaleng pembungkus, disebabkan karena sempurnanya proses pengemasan dan proses pembuatan kemasan kaleng itu sendiri. Karena semua hasil analisis sampel menunjukkan tidak terdeteksi maka ini membuktikan bahwa tidak adanya pengaruh tempat penyimpanan.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

1. Hasil analisis logam berat Pb, Zn dan Sn dalam sampel *corned beef* yang dibeli pada toko kelontongan dan supermarket menunjukkan bahwa tidak ada pengaruh pada tempat penyimpanan.
2. Penentuan kandungan logam Pb, Zn dan Sn dalam sampel *corned beef* dengan menggunakan metoda SSA dengan nyala udara sebagai oksidan dan asetilen sebagai bahan bakar, masih di bawah batas ambang yang ditetapkan oleh SK. Dirjen BPOM No.03725/B/SK/VII/89 tentang batas maksimum cemaran logam dalam makanan, sehingga *corned beef* ini masih layak untuk dikonsumsi dan diedarkan dipasaran
3. Kandungan logam Pb dalam sampel *corned beef* yaitu KA sebesar 0,623 mg/kg, KB sebesar 0,623 mg/kg, KC sebesar 1,297 mg/kg, SD sebesar 0,623 mg/kg, SE sebesar 0,174 mg/kg, SF sebesar 0,174 mg/kg sedangkan kandungan logam Zn dalam sampel *corned beef* yaitu KA sebesar 17,740 mg/kg, KB sebesar 9,300 mg/kg, KC sebesar 19,310 mg/kg, SD sebesar 17,515 mg/kg, SE sebesar 9,450 mg/kg, SF sebesar 10,045 mg/kg dan untuk

kandungan logam Sn dalam sampel *corned beef* menunjukkan dibawah limit deteksi alat atau tidak terdeteksi.

6.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian kandungan logam berat dalam makanan kaleng lain yang banyak dikonsumsi masyarakat serta menggunakan metode yang berbeda.



DAFTAR PUSTAKA

- Ahmad, L.O., 2000, *Studi Analisis Fe dan Zn dalam Dogfish Liver Certivield Peference Material Dengan Spektrofotometri Serapan Atom*, Skripsi FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Anonim, 2000, <http://www.sedapsekejap.com/artikel/2000/edisi10/files/sehat.htm>.
- Anonim, 2003, *Hand Out Pelatihan Instrumental Kimia AAS dan X-RD*, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Gajah Mada, Jogjakarta.
- Anonim, 2005, <http://www.indonesia.com/bpost/022005/9/ragam/art-1.htm>.
- Anonim 1, 2005, <http://www.orienta.co.id/kesehatan/beritasehat/detail>
- Anonim, 2007, <http://www.medikaholistik.com/2033/2004/11/28/medika.html>.
- Anonim, 2006, <http://www.kompas.com/kesehatan/news/0601/19/113418.htm>
- Anonim 1, 2006, <http://www.kompas.com/kompas-cetak/0609/27/humaniora/2983493.htm>.
- Darmono, 1995, *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*, Ui-Press, Jakarta.
- Demam, J.M., 1997, *Kimia Makanan*, ITB Bandung, hlm. 232,233.
- Gani S, 1997, *Kandungan Logam Berat Cd, Pb, Pada Beberapa Jenis Ikan Ditinjau Dari Sumber Makanannya*, Skripsi Fakultas Pertanian, Bogor.
- Greenberg, M.R., dkk, 1998, *Panduan Pemberitaan Lingkungan Hidup*, Yayasan Obor Indonesia, Jakarta.
- Guthrie. F.E and Perry. J., 1980, *Introduction To Enviromental Toxicology*, North Carolina State University, Raleigh, North Carolina.
- <http://kompas.com/kompas-cetak/0105/06/ipitek/tima22.htm>
- James S.C., 1999, *Analytical Chemistry of Foods*, Aspen Publisher, Inc., Gaithersburg, Maryland.

- Johnson, W.M., and Maxwell, J.A., 1981, *Rock and Mineral Analysis*, Second ed, A Wiley-Interscience Publikcation, New York.
- Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Edisi kedua, UI Press, Jakarta.
- Mustafa, Hasan, 2000, *Teknik Sampling*, Jakarta.
- Olonso R.E., 1988, *Pengetahuan Gizi Mutakhir Mineral*, Ahli Bahasa Andi Hakim Nasution, Penerbit PT Gramedia, Jakarta.
- Palar H., 1994, *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta.
- Rahmalati R., 2004, *Penentuan Kandungan Logam Hg dan Cu pada Cornet Beef Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*, F-MIPA, UII, yogyakarta.
- Sandell E.B., and Onishi H., 1978, *Photometric Determination Of Traces of Metals*, Jhon Willey dan Sons, New York.
- S. Ketaren, 1986, *Pengantar Teknologi Minyak Dan Lemak Pangan*, UI-Press, Jakarta.
- Supriyanto.C., dkk, 1999, *Uji Banding Kadar Pb, Cd, dan Fe dalam Cuplikan Biologis Di Daerah Krakal dan Jepara Secara SSA*, Prosiding Pertemuan dan Presentasi Ilmiah P3TM BATAN, Yogyakarta.
- Suwirna. S., dkk., 1981, *Studi Kandungan Logam Berat Hg, Pb, dan Cr Dalam Beberapa Hasil Laut Segar*, Majalah BATAN, vol XIV no I.
- Syahputra, rudy, 2004, *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*, Laboratorium Instrumentasi terpadu UII.
- William and Caliendo, 1984, *Nutrician Principles Issue and Aplication*, Mc Grow Hill Book Company, New York.
- Y. Warsito, ashar Adriyanto., 2001, *Preparasi dan Penentuan Kadar Fe, Cu dan Zn Dalam Kerang, Udang dan Ikan Dengan Spektrometri Serapan Atom*, prosidding Seminar penelitian dan Pengelolaan Perangkat Nuklir P3TM BATAN, Yogyakarta.
- Yang, 1990, *Analisis Anorganik Kualitatif*, Pt Kalman Media Pustaka, Jakarta.

LAMPIRAN



Lampiran 1

- Panjang gelombang Pb 283,3 nm mempunyai energi $7,0134 \cdot 10^{-19}$ joule/s

menggunakan persamaan

$$E = h \cdot \frac{c}{\alpha}$$

$$E = 6,623 \cdot 10^{-34} \text{ j/s} \frac{3 \cdot 10^8 \text{ m/s}}{283,3 \cdot 10^{-9} \text{ m}}$$

$$E = 7,0134 \cdot 10^{-19} \text{ joule}$$

- Panjang gelombang Zn 213,9 nm mempunyai energi $9,2889 \cdot 10^{-19}$ joule/s

menggunakan persamaan

$$E = h \cdot \frac{c}{\alpha}$$

$$E = 6,623 \cdot 10^{-34} \text{ j/s} \frac{3 \cdot 10^8 \text{ m/s}}{213,9 \cdot 10^{-9} \text{ m}}$$

$$E = 9,2889 \cdot 10^{-19} \text{ joule}$$

- Panjang gelombang Sn 224,6 nm mempunyai energi $8,846 \cdot 10^{-19}$ joule/s

menggunakan persamaan

$$E = h \cdot \frac{c}{\alpha}$$

$$E = 6,623 \cdot 10^{-34} \text{ j/s} \frac{3 \cdot 10^8 \text{ m/s}}{224,6 \cdot 10^{-9} \text{ m}}$$

$$E = 8,846 \cdot 10^{-19} \text{ joule}$$

Lampiran 2

Pembuatan Larutan Standar

1) Larutan Standar Pb dibuat dengan variasi konsentrasi 0,0 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; 4 ppm.

- Larutan 1000 ppm \longrightarrow 10 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 1000 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,1 \text{ ml}$$

0,1 diencerkan dengan aquadest hingga 10 ml

- Konsentrasi 0,00 ppm merupakan blanko yaitu 10 ml aquabidest.
- Konsentrasi 0,5 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 0,5 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 1 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 1 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 1 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 2 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 2 \text{ ppm}$$

$$V1 = 2 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 3 ppm dalam labu 10 ml

$$V1 \cdot M1 = V2 \cdot M2$$

$$V1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 3 \text{ ppm}$$

$$V1 = 3 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 4 ppm dalam labu 10 ml

$$V1 \cdot M1 = V2 \cdot M2$$

$$V1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 4 \text{ ppm}$$

$$V1 = 4 \text{ ml}$$

- 2) Larutan Standar Zn dibuat dengan variasi konsentrasi 0,0 ppm; 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,6 ppm; 0,8 ppm dan 1 ppm.

- Larutan 1000 ppm \longrightarrow 10 ppm dalam labu 10 ml

$$V1 \cdot M1 = V2 \cdot M2$$

$$V1 \cdot 1000 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 10 \text{ ppm}$$

$$V1 = 0,1 \text{ ml}$$

0,1 diencerkan dengan aquadest hingga 10 ml

- Konsentrasi 0,00 ppm merupakan blanko yaitu larutan 10 ml aquabidest.
- Konsentrasi 0,2 ppm dalam labu 10 ml

$$V1 \cdot M1 = V2 \cdot M2$$

$$V1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 0,2 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,2 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 0,4 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 0,4 \text{ ppm}$$

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

- Konsentrasi 0,6 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 0,6 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,6 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 0,8 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 0,8 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 1 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 10 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 1 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 1 \text{ ml}$$

- 3) Larutan Standar Sn dibuat dengan variasi konsentrasi 0,00 ppm; 10 ppm; 20 ppm; 30 ppm; 40 ppm dan 50 ppm.

- Larutan 1000 ppm \longrightarrow 100 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 1000 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 100 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 1 \text{ ml}$$

1 ml diencerkan dengan aquadest hingga 10 ml

- Konsentrasi 0,00 ppm merupakan blanko yaitu larutan 10 ml aquabidest.

- Konsentrasi 10 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 10 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 1 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 20 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 20 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 2 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 30 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 30 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 3 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 40 ppm dalam labu 10 ml

$$V_1 \cdot M_1 = V_2 \cdot M_2$$

$$V_1 \cdot 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 40 \text{ ppm}$$

$$V_1 = 4 \text{ ml}$$

- Konsentrasi 50 ppm dalam labu 10 ml

$$V1 \cdot M1 = V2 \cdot M2$$

$$V1 \cdot 100 \text{ ppm} = 10 \text{ ml} \cdot 50 \text{ ppm}$$

$$V1 = 5 \text{ ml}$$



Lampiran 3

Hasil Pengukuran Larutan Standar

- 1) Data Absorbansi dan kurva kalibrasi dari pengukuran larutan standar Pb

Tabel 3. Hasil pengukuran larutan standar Pb

NO.	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1.	0	0,0000
2.	0,5	0,0010
3.	1,0	0,0022
4.	2,0	0,0042
5.	3,0	0,0066
6	4,0	0,0089

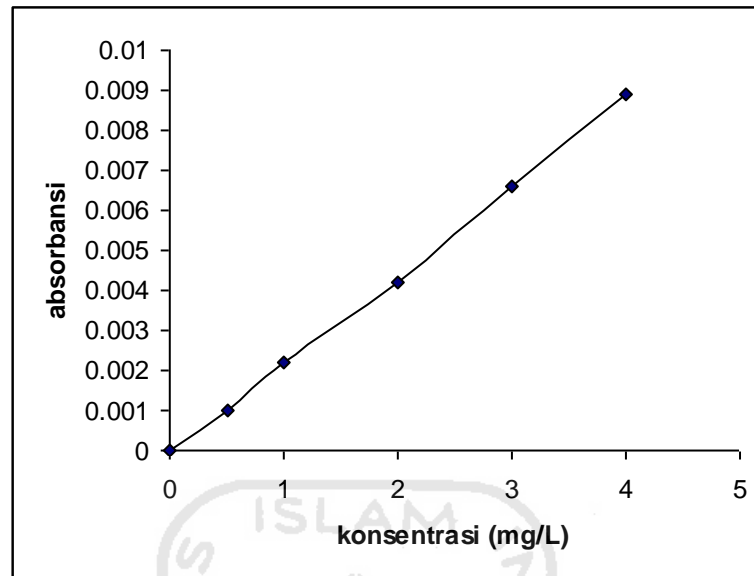
$$a \text{ (intersep)} = -0,0000775438$$

$$b \text{ (slope)} = 0,00222526$$

$$r \text{ (correl)} = 0,99961$$

Sehingga $Y = bX + a$

$$Y = 0,00222526 x - 0,0001681$$



Gambar 3. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Pb

2) Data Absorbansi dan kurva kalibrasi dari pengukuran larutan standar Zn

Tabel 4. Hasil pengukuran larutan standar Zn

NO.	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1.	0	0,0000
2.	0,2	0,0140
3.	0,4	0,0270
4.	0,6	0,0394
5.	0,8	0,0527
6	1,0	0,0680

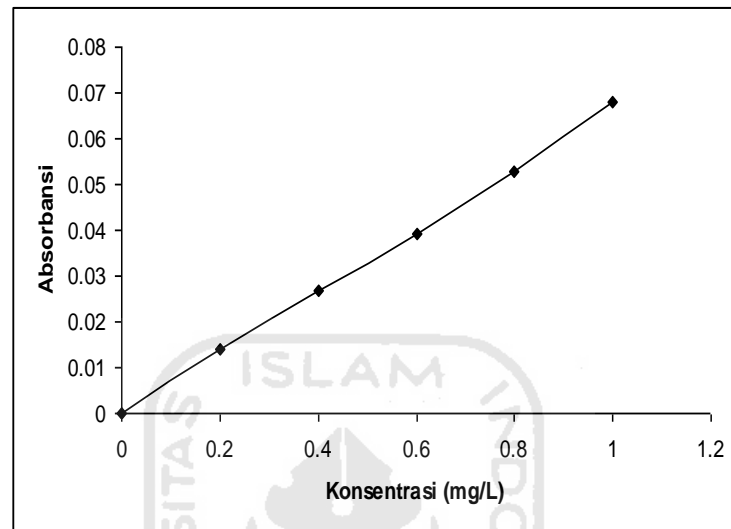
$$a \text{ (intersep)} = 0,00005238$$

$$b \text{ (slope)} = 0,0066928$$

$$r \text{ (correl)} = 0,999546$$

Sehingga $Y = bX + a$

$$Y = 0,0066928 x + 0,00005238$$



Gambar 4. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Zn

3) Data Absorbansi dan kurva kalibrasi dari pengukuran larutan standar Sn

Tabel 5. Hasil pengukuran larutan standar Sn

NO.	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1.	0	0,0000
2.	10	0,0085
3.	20	0,0156
4.	30	0,0240
5.	40	0,0303
6	50	0,0390

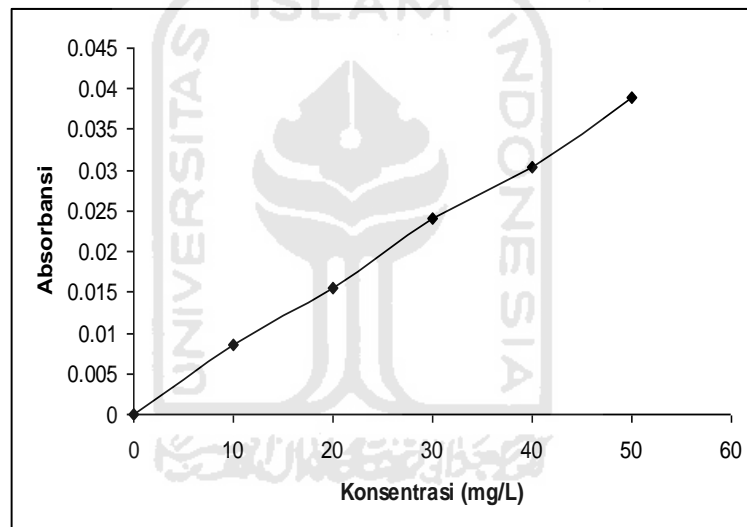
$$a \text{ (intersep)} = 0,0003667$$

$$b \text{ (slope)} = 0,000768$$

$$r \text{ (correl)} = 0,9993$$

Sehingga $Y = bX + a$

$$Y = 0,000672889 x + 0,006658$$



Gambar 5. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Sn

Lampiran 4

Hasil Uji Logam Pb, Zn dan Sn dalam sampel kornet beef

- untuk Logam Pb

$$a = -0,0000775438$$

$$b = 0,00222526$$

$$r = 0,99961$$

Tabel 7. Absorbansi dan konsentrasi sampel kornet beef untuk logam Pb

No	Sampel	Absorbansi	Konsentrasi Sampel (mg/L)	Konsentrasi Yang Sebenarnya (mg/kg)	Batas maksimum pencemaran logam Pb dari BPOM (mg/kg)
1	KA	0,0002	0,1247	0,623	2,0
2	KB	0,0002	0,1247	0,623	
3	KC	0,0005	0,2595	1,297	
4	SD	0,0002	0,1247	0,623	
5	SE	0,0000	0,0348	0,174	
6	SF	0,0000	0,0348	0,174	

- Untuk Logam Zn

$$a = 0,00005238$$

$$b = 0,066928$$

$$r = 0,999546$$

Tabel 8. Absorbansi dan konsentrasi sampel kornet beef untuk logam Zn

No	Sampel	Absorbansi	Konsentrasi Sampel (mg/L)	Konsentrasi yang Sebenarnya (mg/kg)	Batas Pencemaran Logam Zn dari BPOM (mg/kg)
1	KA	0,0238	0,3548	17,740	40,0
2	KB	0,0125	0,1860	9,300	
3	KC	0,0259	0,3862	19,310	
4	SD	0,0235	0,3503	17,515	
5	SE	0,0127	0,1890	9,450	
6	SF	0,0135	0,2009	10,045	

- Untuk Logam Sn

$$a = 0,0003667$$

$$b = 0,000768$$

$$r = 0,9993$$

Tabel 9. Absorbansi dan konsentrasi sampel kornet beef untuk logam Sn

No	Sampel	Absorbansi	Konsentrasi Sampel (mg/l)	Konsentrasi yang Sebenarnya (mg/kg)	Batas Pencemaran Logam Sn dari BPOM (mg/kg)
1	KA	0,0003	ttd	ttd	40,0
2	KB	0,00026	ttd	ttd	
3	KC	0,0001	ttd	ttd	
4	SD	0,0002	ttd	ttd	
5	SE	0,00003	ttd	ttd	
6	SF	0,0002	ttd	ttd	

ttd = tidak terdeteksi (di bawah limit deteksi alat)

Lampiran 5

Hasil Perhitungan Konsentrasi Sampel

- 1) Perhitungan konsentrasi logam berat Pb dalam sampel kornet beef.

Berat awal sampel :

$$KA = 10 \text{ gr}$$

$$KB = 10 \text{ gr}$$

$$KC = 10 \text{ gr}$$

$$SD = 10 \text{ gr}$$

$$SE = 10 \text{ gr}$$

$$SF = 10 \text{ gr}$$

Absorbansi rata-rata (Y) yaitu :

$$KA = 0,0002$$

$$KB = 0,0002$$

$$KC = 0,0005$$

$$SD = 0,0002$$

$$SE = 0,0000$$

$$SF = 0,0000$$

- Untuk sampel KA = $Y = 0,00222526 x - 0,0000775438$

$$0,0002 = 0,00222526.x - 0,0000775438$$

$$X = 0,1247 \text{ mg/L}$$



$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,1247 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 0,623 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel KB = Y = 0,00222526 x - 0,0000775438

$$0,0002 = 0,00222526.x - 0,0000775438$$

$$X = 0,1247 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,1247 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 0,623 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel KC = Y = 0,00222526 x - 0,0000775438

$$0,0005 = 0,00222526.x - 0,0000775438$$

$$X = 0,2595 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,2595 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 1,297 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel SD = Y = 0,00222526 x - 0,0000775438

$$0,0002 = 0,00222526.x - 0,0000775438$$

$$X = 0,1247 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,1247 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 0,623 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel SE = Y = 0,00222526 x - 0,0000775438

$$0,0000 = 0,00222526.x - 0,0000775438$$

$$X = 0,0348 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,0348 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 0,174 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel SF = Y = 0,00222526 x - 0,0000775438

$$0,0000 = 0,00222526.x - 0,0000775438$$

$$X = 0,0348 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,0348 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 0,174 \text{ mg/kg}$$

2) Perhitungan konsentrasi logam berat Zn dalam Sampel Kernet beef

Berat awal sampel :

$$KA = 10 \text{ gr}$$

$$KB = 10 \text{ gr}$$

$$KC = 10 \text{ gr}$$

$$SD = 10 \text{ gr}$$

$$SE = 10 \text{ gr}$$

$$SF = 10 \text{ gr}$$

Absorbansi rata-rata (Y) yaitu :

$$KA = 0,0238$$

$$KB = 0,0125$$

$$KC = 0,0259$$

$$SD = 0,0235$$

$$SE = 0,0127$$

$$SF = 0,0135$$



- Untuk sampel KA = $Y = 0,066928 x + 0,00005238$

$$0,0238 = 0,066928.x + 0,00005238$$

$$X = 0,3548 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,3548 \text{ mg/L} \times 10 \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 17,740 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel KB = $Y = 0,066928 x + 0,00005238$

$$0,0125 = 0,066928.x + 0,00005238$$

$$X = 0,1860 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,1860 \text{ mg/L} \times 10 \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 9,300 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel KC = $Y = 0,066928 x + 0,00005238$

$$0,0259 = 0,066928 . x + 0,00005238$$

$$X = 0,3862 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,3862 \text{ mg/L} \times 10 \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 19,310 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel SD = $Y = 0,066928 x + 0,00005238$

$$0,0235 = 0,066928.x + 0,00005238$$

$$X = 0,3503 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,3503 \text{ mg/L} \times 10 \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 17,515 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel SE = $Y = 0,066928 x + 0,00005238$

$$0,0127 = 0,066928 \cdot x + 0,00005238$$

$$X = 0,1890 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,1890 \text{ mg/L} \times 10 \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 9,450 \text{ mg/kg}$$

- Untuk sampel SF = $Y = 0,066928 x + 0,00005238$

$$0,0135 = 0,066928 \cdot x + 0,00005238$$

$$X = 0,2009 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,2009 \text{ mg/L} \times 10 \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= 10,045 \text{ mg/kg}$$

3) Perhitungan konsentrasi logam berat Sn dalam sampel kornet beef

Berat awal sampel :

$$KA = 10 \text{ gr}$$

$$KB = 10 \text{ gr}$$

$$KC = 10 \text{ gr}$$

$$SD = 10 \text{ gr}$$

$$SE = 10 \text{ gr}$$

$$SF = 10 \text{ gr}$$

Absorbansi rata-rata (Y) yaitu :

$$KA = 0,0003$$

$$KB = 0,00026$$

$$KC = 0,0001$$

$$SD = 0,0002$$

$$SE = 0,00003$$

$$SF = 0,0002$$



- Untuk sampel KA = $Y = 0,000768 x + 0,0003667$

$$0,0003 = 0,000768.x + 0,0003667$$

$$X = -0,4779 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0,4779 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= -2,3895 \text{ mg/kg (ttd)}$$

- Untuk sampel KB = $Y = 0,000768 x + 0,0003667$

$$0,00026 = 0,000768.x + 0,0003667$$

$$X = -0,1389 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0,1389 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= -0,6945 \text{ mg/kg (ttd)}$$

- Untuk sampel KC = $Y = 0,000768x + 0,0003667$

$$0,0001 = 0,000768.x + 0,0003667$$

$$X = -0,34726 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0,34726 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= -1,7363 \text{ mg/kg (ttd)}$$

- Untuk sampel SD = $Y = 0,000768x + 0,0003667$

$$0,0002 = 0,000768.x + 0,0003667$$

$$X = -0,217 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0,217 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= -1,085 \text{ mg/kg (ttd)}$$

- Untuk sampel SE = Y = 0,000768x + 0,0003667

$$0,00003 = 0,000768x + 0,0003667$$

$$X = -0,4384 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0,4384 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= -2,192 \text{ mg/kg (ttd)}$$

- Untuk sampel SF = Y = 0,000768x + 0,0003667

$$0,0002 = 0,000768x + 0,0003667$$

$$X = -0,217 \text{ mg/L}$$

$$C_{\text{sebenarnya}} = \frac{C_{\text{sampel}} \times \text{Faktor Pengenceran} \times \text{Volume preparat}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0,217 \frac{\text{mg}}{\text{l}} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ kg}}$$

$$= -1,085 \text{ mg/kg (ttd)}$$

Lampiran 6

Perhitungan Limit Deteksi dan Ketepatan

Tabel 10. Perhitungan Limit Deteksi dan Ketepatan logam Pb

xi	xi ²	yi	yi ²	ŷi	[yi- ŷi]	[yi- ŷi] ²	xi.yi
0	0	0	0	-7,75438.10 ⁻⁵	7,75438.10 ⁻⁵	6,01304.10 ⁻⁹	0
0,5	0,25	0,0010	1.10 ⁻⁶	1,035086.10 ⁻³	-3,5086.10 ⁻⁵	1,23104.10 ⁻⁹	5.10 ⁻⁴
1	1	0,0022	4,84.10 ⁻⁶	2,147716.10 ⁻³	5,22838.10 ⁻⁵	2,73359.10 ⁻⁹	2,2.10 ⁻³
2	4	0,0042	1,764.10 ⁻⁵	4,372976.10 ⁻³	-1,72976.10 ⁻⁴	2,99207.10 ⁻⁸	8,4.10 ⁻³
3	9	0,0066	4,356.10 ⁻⁵	6,598236.10 ⁻³	1,7638.10 ⁻⁶	3,1109.10 ⁻¹²	0,0198
4	16	0,0089	7,921.10 ⁻⁵	8,823496.10 ⁻³	7,65038.10 ⁻⁵	5,8528.10 ⁻⁹	0,0356
Σ=1,7	Σ=5,	Σ=3,816	Σ=2,4375.10 ⁻⁵	Σ=3,8166.10 ⁻³	Σ=1,667.10 ⁻⁹	Σ=7,626.10 ⁻⁹	Σ=0,011
5	0416	7.10 ⁻³		3		9	
	7						

1) Limit of Detection

$$\text{LOD} = 3 \text{ Sd} + a$$

Dimana : Sd = Standar Deviasi

n = Jumlah data analisis

$$\text{Sd} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

$$\text{Sd} = \sqrt{\frac{7,6257.10^{-9}}{4}}$$

$$\text{Sd} = 4,366.10^{-5}$$

$$\text{LOD} = 3 \text{ Sd} + a$$

$$\text{LOD} = 3 (4,366.10^{-5}) - 0,0000775438$$

$$\text{LOD} = 5,344.10^{-5}$$

2) Perhitungan Ketepatan/Akurasi

$$Se = \frac{\sqrt{\sum yi^2 - a\sum yi - b\sum xi \cdot yi}}{n-2}$$

Dimana :

Se = kesalahan standar estimasi

Yi = absorbansi

Xi = konsentrasi

n = jumlah sampel

$$Se = \frac{\sqrt{2,4375 \cdot 10^{-5} + (0,0000775438 \times 3,8167 \cdot 10^{-3}) - (0,00222526 \times 0,011)}}{4}$$

$$Se = 2,197 \cdot 10^{-4}$$

$$\text{Tingkat kesalahan} = 2,197 \cdot 10^{-2} \%$$

$$\text{Sehingga ketepatannya} = 99,98 \%$$

3) Ketelitian/Presisi

Uji Hipotesis :

1. H_0 = alat AAS teliti
2. H_1 = Alat AAS kurang teliti
3. $\alpha = 5 \%$
4. Daerah Kritis

$$t_{(\alpha/2, n-1)} = t_{(0,025, 5)} = 2,57$$

5. t hitung

$$T = \frac{b - \beta}{S_b}$$

$$S_b = \frac{S_e}{\sqrt{\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}}}$$

Dimana, b = slope

β = hipotesis nol

S_b = Kesalahan standar koefisien regresi

S_e = Kesalahan standar estimasi

n = jumlah data

$$S_b = \frac{2,197 \cdot 10^{-4}}{\sqrt{5,0417 - \frac{(1,75)^2}{6}}}$$

$$S_b = \frac{2,197 \cdot 10^{-4}}{2,131126}$$

$$S_b = 1,032 \cdot 10^{-4}$$

$$t = \frac{0,00222526}{1,032 \cdot 10^{-4}}$$

$$t = 21,56$$

6. Keputusan

t hitung > t tabel

7. Kesimpulan

Dengan menggunakan tingkat kepercayaan 95% data yang ada mendukung

H_0 atau alat SSA tersebut teliti

Tabel 11. Perhitungan Limit Deteksi dan Ketepatan untuk logam Zn

x_i	x_i^2	y_i	y_i^2	\hat{Y}_i	$[y_i - \hat{y}_i]$	$[y_i - \hat{y}_i]^2$	$x_i \cdot y_i$
0	0	0	0	$5,238 \cdot 10^{-5}$	$-5,238 \cdot 10^{-5}$	$2,7437 \cdot 10^{-9}$	0
0,2	0,04	0,0140	$1,96 \cdot 10^{-4}$	0,01343798	$5,6202 \cdot 10^{-4}$	$3,1587 \cdot 10^{-7}$	$2,8 \cdot 10^{-3}$
0,4	0,16	0,0270	$7,29 \cdot 10^{-4}$	0,02682358	$1,7642 \cdot 10^{-4}$	$3,1124 \cdot 10^{-8}$	0,0108
0,6	0,36	0,0394	$1,55 \cdot 10^{-3}$	0,03982038	$-4,2038 \cdot 10^{-4}$	$1,7671 \cdot 10^{-7}$	0,02364
0,8	0,64	0,0527	$2,78 \cdot 10^{-3}$	0,05359523	$-8,9523 \cdot 10^{-4}$	$8,0143 \cdot 10^{-7}$	0,04216
1	1	0,0680	$4,62 \cdot 10^{-3}$	0,06698038	$1,0196 \cdot 10^{-3}$	$1,0396 \cdot 10^{-6}$	0,068
$\Sigma=0,5$	$\Sigma=0,37$	$\Sigma=0,035$	$\Sigma=1,646 \cdot 10^{-3}$	$\Sigma=0,03345$	$\Sigma=6,3342 \cdot 10^{-5}$	$\Sigma=3,945 \cdot 10^{-7}$	$\Sigma=0,0246$

1) Limit of Detection

$$\text{LOD} = 3 \text{ Sd} + a$$

Dimana : Sd = Standar Deviasi

n = Jumlah data analisis

$$\text{Sd} = \sqrt{\frac{\Sigma (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

$$\text{Sd} = \sqrt{\frac{3,945 \cdot 10^{-7}}{4}}$$

$$\text{Sd} = 3,1405 \cdot 10^{-4}$$

$$\text{LOD} = 3 \text{ Sd} + a$$

$$\text{LOD} = 3 (3,1405 \cdot 10^{-4}) + 0,00005238$$

$$\text{LOD} = 9,945 \cdot 10^{-4}$$



2) Perhitungan Ketepatan/Akurasi

$$Se = \frac{\sqrt{\sum y_i^2 - a \sum y_i - b \sum x_i \cdot y_i}}{n-2}$$

Dimana :

Se = kesalahan standar estimasi

Yi = absorbansi

Xi = konsentrasi

n = jumlah sampel

$$Se = \frac{\sqrt{1,646 \cdot 10^{-3} - (0,00005238 \times 0,204) - (0,066928 \times 0,0246)}}{4}$$

$$Se = 1,03 \cdot 10^{-3}$$

Tingkat kesalahan $0,00103 = 0,103 \%$

Sehingga ketepatannya = 99,89 %

3) Ketelitian/Presisi

Uji Hipotesis :

1. H_0 = alat AAS teliti
2. H_1 = Alat AAS kurang teliti
3. $\alpha = 5 \%$
4. Daerah Kritis

$$t_{(\alpha/2, n-1)} = t_{(0,025, 5)} = 2,57$$

5. t hitung

$$T = \frac{b - \beta}{S_b}$$

$$S_b = \frac{S_e}{\sqrt{\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}}}$$

Dimana, b = slope

β = hiptesis nol

S_b = Kesalahan standar koefisien regresi

S_e = Kesalahan standar estimasi

n = jumlah data

$$S_b = \frac{1,03 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{0,37 - \frac{0,0625}{6}}}$$

$$S_b = \frac{1,03 \cdot 10^{-3}}{0,5997}$$

$$S_b = 1,72 \cdot 10^{-3}$$

$$t = \frac{0,066928}{1,72 \cdot 10^{-3}}$$

$$t = 38,91$$

6. Keputusan

t hitung > t tabel

7. Kesimpulan

Dengan menggunakan tingkat kepercayaan 95% data yang ada mendukung H_0 atau alat SSA tersebut teliti.

Tabel 12. Perhitungan Limit Deteksi dan Ketepatan untuk logam Sn

xi	xi ²	yi	yi ²	ŷi	[yi - ŷi]	[yi - ŷi] ²	xi . yi
0	0	0	0	3,667.10 ⁻⁴	-3,667.10 ⁻⁴	1,345.10 ⁻⁷	0
10	100	0,0085	7,225.10 ⁻⁵	8,0467.10 ⁻³	4,533.10 ⁻⁴	2,0548.10 ⁻⁷	0,085
20	400	0,0156	2,434.10 ⁻⁴	0,0157	-1.10 ⁻⁴	1.10 ⁻⁸	0,312
30	900	0,0240	5,76.10 ⁻⁴	0,0234	6.10 ⁻⁴	3,6.10 ⁻⁷	0,72
40	1600	0,0303	9,181.10 ⁻⁴	0,031	-7,8.10 ⁻⁴	6,08.10 ⁻⁷	1,212
50	2500	0,0390	1,521.10 ⁻³	0,0387	3.10 ⁻⁴	9.10 ⁻⁸	1,95
Σ=25	Σ=916,6	Σ=0,0196	Σ=5,551.10⁻³	Σ=0,0182	Σ=3,11.10⁻⁵	Σ=2,537.10⁻⁴	Σ=0,713

1) Limit of Detection

$$\text{LOD} = 3 \text{ Sd} + a$$

Dimana : Sd = Standar Deviasi

n = Jumlah data analisis

$$\text{Sd} = \sqrt{\frac{\sum (y_i - \hat{y}_i)^2}{n-2}}$$

$$\text{Sd} = \sqrt{\frac{2,537 \cdot 10^{-4}}{4}}$$

$$\text{Sd} = 7,963 \cdot 10^{-3}$$

$$\text{LOD} = 3 \text{ Sd} + a$$

$$\text{LOD} = 3 (7,963 \cdot 10^{-3}) + 0,0003667$$

$$\text{LOD} = 0,0242$$

2) Perhitungan Ketepatan/Akurasi

$$\text{Se} = \frac{\sqrt{\sum y_i^2 - a \sum y_i - b \sum x_i y_i}}{n-2}$$

Dimana :

Se = kesalahan standar estimasi

Yi = absorbansi

Xi = konsentrasi

n = jumlah sampel

$$Se = \sqrt{\frac{5,551 \cdot 10^{-4} - (0,0003667 \times 0,0196) - (0,000768 \times 0,713)}{4}}$$

$$Se = 4,868 \cdot 10^{-4}$$

$$\text{Tingkat kesalahan} = 0,04868 \%$$

$$\text{Sehingga ketepatannya} = 99,95 \%$$

3) Ketelitian/Presisi

Uji Hipotesis :

1. H_0 = alat SSA teliti
2. H_1 = Alat SSA kurang teliti
3. $\alpha = 5 \%$
4. Daerah Kritis

$$t_{(\alpha/2, n-1)} = t_{(0,025, 5)} = 2,57$$

5. t hitung

$$t = \frac{b - \beta}{Sb}$$

$$Sb = \frac{Se}{\sqrt{\sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{n}}}$$

Dimana, b = slope

β = hiptesis nol

S_b = Kesalahan standar koefisien regresi

S_e = Kesalahan standar estimasi

n = jumlah data

$$S_b = \frac{4,868.10^{-4}}{\sqrt{916,6 - \frac{(25)^2}{6}}}$$

$$S_b = \frac{4,868.10^{-4}}{28,5}$$

$$S_b = 1,708.10^{-5}$$

$$t = \frac{0,000768}{1,708.10^{-5}}$$

$$t = 44,96$$

6. Keputusan

t hitung $>$ t tabel

7. Kesimpulan

Dengan menggunakan tingkat kepercayaan 95% data yang ada mendukung H_0 atau alat SSA tersebut teliti.

