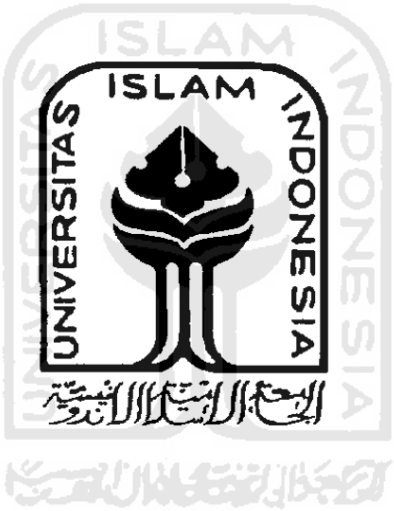
ANALISIS KANDUNGAN Sn, Zn, DAN Pb DALAM SUSU KENTAL MANIS KEMASAN KALENG SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

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 :

VINA AZIS
No Mhs :03612037

JURUSAN ILMU KIMIA
FAKULTAS ILMU KIMIA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
JOGJAKARTA
2007

ANALISIS KANDUNGAN Sn, Zn, DAN Pb DALAM SUSU KENTAL MANIS KEMASAN KALENG SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

Yang diajukan oleh :

VINA AZIS
No Mhs : 03 612 037

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 Sn, Zn, DAN Pb DALAM SUSU KENTAL MANIS KEMASAN KALENG SECARA 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 FMIPA Universitas Islam Indonesia Yogyakarta
2. Bapak Dr.rer.nat Nurul Hidayat Aprilita selaku pembimbing 1, terima kasih untuk semua ilmu, nasehat dan sarannya

3. Bapak Rudy Syahputra, M.Si selaku ketua Jurusan Ilmu Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia Yogyakarta dan selaku pembimbing II, terima kasih untuk semua ilmu, kritik dan sarannya.
4. Bapak Rianto, M.si selaku penguji terima kasih atas saran dan masukan-masukannya.
5. Ibu Pedy Artsanti, S.si, M.Sc selaku penguji terima kasih atas bimbingan dan sarannya.
6. Dosen-dosen Jurusan Ilmu Kimia F-MIPA UII, yang telah memberikan ilmu selama ini kepada penulis.
7. Kedua orang tua, ayahanda H. Andy Azis dan ibunda Hj. Masriyah terima kasih atas doa serta restu dan pengorbanannya.
8. Kayak Ismi Fadillah dan keponakanku Abbiyu Rizky tarima kasih atas doa restunya.
9. 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 perbaikkan Skripsi ini. Sehingga Skripsi ini dapat bermanfaat bagi pengaplikasian Imu Kimia di masyarakat.

Jogjakarta, 31 Desember 2007

Penulis

VINA AZIS

ANALISIS KANDUNGAN Sn, Zn, DAN Pb DALAM SUSU KENTAL MANIS KEMASAN KALENG SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

VINA AZIS
No Mhs :03612037

INTISARI

Telah dilakukan penelitian terhadap kandungan logam Timah, Seng dan Timbal pada sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom.

Penelitian ini menggunakan metode destruksi basah yang dilakukan 2 tahap, tahap pertama yaitu preparasi sampel dengan cara sampel di destruksi menggunakan larutan HNO_3 65% lalu dipanaskan untuk menyempurnakan proses oksidasi. Setelah larutan dingin, kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman 42. Tahap kedua yaitu larutan sampel yang telah didestruksi dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom Perkin-Elmer 3110 untuk logam timah dan dengan Spektrofotometri Serapan Atom Perkin-Elmer 5110 PC untuk logam Seng dan Timbal.

Hasil analisis menunjukkan bahwa konsentrasi logam Timah pada semua sampel tidak terdeteksi. Logam Seng untuk sampel KA 2,132 mg/Kg; KB 2,371 mg/Kg; KC 2,812 mg/Kg; SD 2,304 mg/Kg; SE 2,648 mg/Kg; SF 3,507 mg/Kg. Dan konsentrasi logam Timbal untuk sampel KA 0,174 mg/Kg; KB 2,156 mg/Kg; KC 0,174 mg/Kg; SD 0,398 mg/Kg; SE 0,174 mg/Kg; SF 0,174 mg/Kg.

Kata kunci : Susu kental manis, kaleng, SSA, Timah, Seng, Timbal

ANALYSIS OF Sn, Zn, and Pb IN SWEETENED CONDENSED MILK USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY

VINA AZIS
No Mhs :03612037

ABSTRACT

Analysis of tin, zinc, and lead of sweetened condensed milk packed in the cans using Atomic Absorption Spectrophotometry method.

The analysis were have been performed by wet destruction in two phases. Firstly, the sample was destructed with HNO_3 65% and boiled to complete oxidation process. After cooling the sample, the solution was filtered using Whatman 42. Secondly, analysis of samples using Perkin-Elmer 3110 Atomic Absorption Spectrophotometry to determine the concentration of tin and Perkin-Elmer 5110 PC Atomic Absorption Spectrophotometry to determine the concentrations of zinc and lead.

The result showed that the concentration of tin in all samples were not identified. Zinc concentration of sample KA was 2,132 mg/Kg; KB 2,371 mg/Kg; KC 2,812 mg/Kg; SD 2,304 mg/Kg; SE 2,648 mg/Kg; SF 3,507 mg/Kg. Lead metal concentration of sample KA was 0,174 mg/Kg; KB 2,156 mg/Kg; KC 0,174 mg/Kg; SD 0,398 mg/Kg; SE 0,174 mg/Kg; SF 0,174 mg/Kg.

Key word : sweetened condensed milk, tin can, SSA, Tin, Zinc, Lead

DAFTAR ISI

Halaman Judul i

Halaman Pengesahan ii

KATA PENGANTAR iii

INTISARI v

ABSTRACT vi

DAFTAR ISI vii

DAFTAR TABEL xi

DAFTAR GAMBAR xii

DAFTAR LAMPIRAN xiii

BAB I PENDAHULUAN 1

1.1 Latar Belakang 1

1.2 Perumusan Masalah 5

1.3 Tujuan 5

1.4 Manfaat penelitian 5

BAB II TINJAUAN PUSTAKA 6

BAB III DASAR TEORI 9

3.1 Komposisi Susu 9

3.2 Produk Susu dan Hasil Olahannya 10

3.2.1 Susu Skim (*Skim Milk*) dan Susu Krim (*Whole Milk / Full Cream*) 10

3.2.2 Susu Kental Manis dan Susu yang diuapkan 10

3.2.3 Susu Kering atau susu bubuk 10
3.2.4 Susu Steril 11
3.2.5 Susu UHT (*Ultra High Temperature Milk*) 11
3.2.6 Es Krim (*ice cream*) 11
3.2.7 Keju (*Cheese*) 11
3.2.8 Mentega; *Butter* 12
3.3 Kaleng 12
3.4 Karakteristik Logam Berat 16
3.4.1 Logam Timah (Sn) 16
3.4.2 Logam Seng (Zn) 16
3.4.3 Logam Timbal (Pb) 17
3.5 Spektrofotometri Serapan Atom 20
3.5.1 Teori Spektrofotometri Serapan Atom 20
3.5.2 Instrumentasi spektrofotometri Serapan Atom 23
3.5.3 Optimasi peralatan Spektrofotometri Serapan Atom 28
3.5.4 Teknik-teknik analisis 28
3.5.5 Gangguan dalam Spektrofotometri Serapan Atom 31
3.7 Hipotesis Penelitian 33
BAB IV METODELOGI PENELITIAN 34
4.1 Alat dan Bahan 34
4.1.1 Alat- alat yang digunakan 34
4.1.2 Bahan-bahan yang digunakan 35
4.2 Cara pengambilan Sampel 36

4.3 Cara penelitian 37
4.3.1 Pembuatan Larutan..... 37
4.3.1.1 Pembuatan Larutan Standar Sn 37
4.3.1.2 Pembuatan Larutan Standar Zn 37
4.3.1.3 Pembuatan Larutan Standar Pb 38
4.3.2 Kondisi Pengukuran Alat Spektroskopi Serapan Atom 38
4.3.2.1 Untuk Logam Sn 39
4.3.2.2 Untuk Logam Zn 39
4.3.2.3 Untuk Logam Pb 39
4.3.3 Penentuan Konsentrasi Logam Sn, Zn dan Pb pada Sampel Susu Kental Manis (SKM) kemasan kaleng.....40
BAB V PEMBAHASAN 41
5.1 Optimasi Analisis 40
5.1.1 Optimasi Alat 40
5.1.2 Optimasi Kurva Kalibrasi 45
5.1.2.1 Larutan Standar Sn 45
5.1.2.2 Larutan Standar Zn..... 45
5.1.2.2 Larutan Standar Pb 47
5.2 Sampling.....48
5.3 Penentuan Kandungan Timah, Seng dan Timbal dalam Susu Kental Manis Kemasan Kaleng.....49
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN 55
6.1 Kesimpulan 55
6.2 Saran..... 56

DAFTAR PUSTAKA 57

LAMPIRAN 60

DAFTAR TABEL

Tabel 1. Kelompok makanan yang tercemar Timbal.....19

Tabel 2. Kondisi SSA untuk analisis logam Sn, Zn, dan Pb 28

Tabel 3. Kondisi Optimum Peralatan Spektroskopi Serapan Atom merk Perkin Elmer tipe 5100 untuk logam Pb dan Zn, Serta Perkin Elmer tipe 3110 untuk logam Sn 42

Tabel 3. Hasil analisis sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng untuk logam Sn, Zn, dan Pb.....52

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Proses pembuatan kaleng……13

Gambar 2. Diagram Spektrometer Serapan Atom atau SSA.....23

Gambar 3. Diagram skematik lampu katoda cekung.....24

Gambar 4. Electrodless Dischcarge Lamp.....25

Gambar 5. Instrumentasi sumber atomisasi.....26

Gambar 6. Kurva kalibrasi.....29

Gambar 7. Diagram Nyala pada pembakar Burner……44

Gambar 8. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Sn.....46

Gambar 9. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Zn.....47

Gambar 10. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Pb.....48

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Data Optimasi Alat Spektrofotometri Serapan Atom Perkin Elmer tipe 5100 dan Perkin Elmer 3110 Dan Besarnya Energi Dari Tiap Logam 60

Lampiran 2. Data Pembuatan Larutan Standar 62

Lampiran 3. Data Hasil Uji Logam Sn, Zn, dan Pb 70

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan dasar manusia yang penting salah satunya adalah pangan di samping papan, sandang, pendidikan, dan kesehatan. Dilihat dari segi ilmu gizi, susu merupakan bahan pangan yang sempurna karena mengandung hampir semua zat gizi yang diperlukan tubuh manusia sehingga baik untuk dikonsumsi dan merupakan makanan alamiah. Susu biasanya berarti cairan bergizi yang dihasilkan oleh kelenjar susu dari mamalia betina. Susu adalah sumber gizi utama bagi bayi sebelum mereka dapat mencerna makanan padat. Susu binatang (biasanya sapi) juga diolah menjadi berbagai produk seperti mentega, *yoghurt*, es krim, keju, susu kental manis, susu bubuk, susu steril, susu UHT (*Ultra High Temperature Milk*) dan lain-lain untuk konsumsi manusia (http://id.wikipedia.org/wiki/susu). Dari sudut lain air susu juga dapat digunakan sebagai bahan mentah yang mengandung sumber zat-zat makan yang penting. Sebagai salah satu produk hasil ternak, susu juga merupakan salah satu minuman bergizi dimana sebagian besar digunakan sebagai produk pangan (Winarno, 2002).

Ditinjau dari komposisi kimianya, susu merupakan minuman bergizi tinggi dan merupakan bahan makanan yang istimewa bagi manusia karena kelezatan serta komposisi yang ideal selain mengandung semua zat yang dibutuhkan oleh tubuh, semua zat makanan yang terkandung didalam air susu dapat diserap oleh darah dan dimanfaatkan oleh tubuh. Akan tetapi sama halnya dengan komoditas

pertanian pada umumnya, susu dapat dengan mudah rusak oleh mikroorganisme (Wahyudi, 2006). Dengan adanya teknologi pengolahan atau pengawetan bahan makanan, maka hal tersebut diatas dapat diatasi, sehingga air susu akan beraroma enak dan banyak disukai orang. Adapun prinsip dasar dari pengolahan air susu adalah pasteurilisasi dan sterilisasi. Apabila tidak dilakukan dengan sempurna maka air susu dikhawatirkan akan terkontaminasi. Terlebih-lebih bila alat penyimpan air susunya (*milk can*) tidak dibebas hamakan terlebih dahulu. Pengolahan air susu sapi dimaksudkan untuk mendiversifikasikan air susu sapi menjadi bahan makanan dalam berbagai bentuk. Selain itu untuk menghindari agar air susu sapi tidak menjadi mubazir atau terbuang percuma. Sebagaimana kita ketahui bahwa air susu sapi murni hanya mampu bertahan dalam waktu kurang dari 24 jam. Lewat dari batas waktu tersebut kalau tidak bisa memanfaatkannya, maka air susu akan terbuang percuma dan menyebabkan kerugian yang tidak sedikit nilainya (Saleh, 2004).

Dewasa ini telah banyak beredar di pasaran berbagai macam produk olahan susu antara lain susu skim, susu krim, susu kental manis, susu yang diuapkan, mentega, dan susu kering atau bubuk. Karena sifat susu yang mudah rusak, maka pengawetan sangat diperlukan. Sebelum penggunaan plastik meluas, susu awalnya di kemas dalam botol kaca. Penggunaan botol kaca semakin kurang jaman sekarang ini. Kebanyakan orang membeli susu dalam kotak plastik atau kemasan kotak kertas berlilin. Cahaya Ultraviolet dari lampu neon (*fluorescent lamp*) mampu memusnahkan sebagian protein dalam susu, jadi banyak perusahaan yang dulunya mengedarkan susu dalam kemasan plastik jernih kini beralih kepada

bahan yang lebih tebal dan dapat menghalangi sinar berbahaya. Untuk jenis susu kental, susu steril dan susu bubuk umumnya diedarkan dalam Kemasan logam atau kaleng (http://id.wikipedia.org/wiki/susu).

Produk susu kental manis, susu bubuk, dan susu steril seringkali dibuat dalam kemasan yang terbuat dari gelas, plastik, dan kaleng dimaksudkan untuk menghindari pengaruh sinar matahari, lama pengemasan, penyimpanan dan lain-lain. Dan akibat dari pengemasan itu juga, maka produk sering mengalami kerusakan baik secara mikrobiologis, mekanis maupun kimiawi. Kerusakan produk secara kimia disebabkan karena adanya interaksi antara produk yang dikemas dengan komponen penyusun kemasan. Bahan-bahan dari kemasan akan bereaksi membentuk persenyawaan dengan zat-zat yang terkandung dalam produk susu. Hal ini berakibat pada produk yang dikemas akan tercemari oleh komponen-komponen yang lain dalam kemasan (Deman, 1997).

Kualitas makanan atau bahan makanan di alam tak lepas dari berbagai pengaruh seperti kondisi lingkungan yang menjadikan layak atau tidaknya suatu makanan untuk dapat di konsumsi. Berbagai bahan pencemar terkandung dalam makanan karena penggunaan bahan baku pangan terkontaminasi oleh proses pengolahan maupun penyimpanan. Makanan maupun minuman 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 (Sn), seng (Zn) dan besi (Fe) dari pelat timah, serta timah dan timbal (Pb) dari patrian, hal

tersebut sering dinamakan korosi. Pada makanan 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. Dan masalah korosi kaleng yang lain adalah pewarnaan sulfida (Deman, 1997).

Sehingga tidaklah mengherankan bila belakangan banyak jenis makanan yang beredar di masyarakat tidak terjamin lagi keamanannya karena terkontaminasi oleh bahan-bahan kimia atau senyawa-senyawa kimia. Bahan makanan atau minuman dalam wadah kaleng memang sangat dibutuhkan oleh masyarakat bukan karena kelezatannya, tetapi juga agar dapat disimpan lebih lama dan di makan serta di minum dengan praktis.

Akan tetapi, apabila makanan atau minuman yang mengandung bahan atau senyawa kimia seperti logam berat dalam jumlah tinggi masuk kedalam tubuh manusia melalui makanan, menurut Darmono (1995) akan mengakibatkan gangguan pada sistem saraf, pertumbuhan terhambat, gangguan reproduksi, peka terhadap penyakit infeksi, kelumpuhan dan kematian dini, serta dapat juga menurunkan tingkat kecerdasan anak.

1.2 Perumusan Masalah

1. Apakah ada pengaruh tempat penyimpanan terhadap besarnya kandungan logam berat Sn, Zn dan Pb pada produk Susu Kental Manis (SKM) kemasan kaleng?
2. Bagaimana perbandingan hasil kandungan logam Sn, Zn, dan Pb yang diperoleh dengan standar S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89?

1.3 Tujuan

1. Mengetahui adanya pengaruh tempat penyimpanan terhadap kandungan logam Sn, Zn, dan Pb pada produk susu Kental Manis (SKM) kemasan kaleng.
2. Membandingkan kandungan logam Sn, Zn, dan Pb pada Susu Kental Manis (SKM) dengan standar yang dikeluarkan oleh S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89.

1.4 Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi kepada masyarakat mengenai besarnya kandungan logam Sn, Zn, dan Pb pada Susu Kental Manis (SKM) yang menggunakan kemasan kaleng serta bahaya yang dapat di timbulkan sehingga dapat terhindar dari keracunan logam berat.
2. Memberi informasi kepada peneliti lain dalam menganalisis kandungan logam Sn, Zn, dan Pb menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

Susu dan dan produk-produk susu seperti susu skim dan susu krim, es krim, mentega, *yogurt*, susu kental manis, susu yang diuapkan (*evaporated milk*), susu kering (susu bubuk) dan berbagai macam hasil olahan susu lainnya dikenal sebagai bahan makanan yang bergizi tinggi karena susu mempunyai komposisi zat gizi yang sangat lengkap untuk mencukupi kebutuhan proses metabolisme dalam tubuh. Selain susu yang mempunyai komposisi zat pembangun yang kompleks, susu juga mengandung mineral penting seperti Mg, Ca, K, Cl, dan mineral-mineral lain seperti Fe, Zn dan Mn (Soeparno, 1991).

Gusriyanti (2006), melakukan analisis Kalsium dan Fosfor dalam dadih dengan menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom. Dadih adalah produk olahan susu kerbau dengan fermentasi dan merupakan makanan yang sudah lama dikenal di Sumatera Barat yang mempunyai nilai gizi tinggi dan juga mengandung beberapa unsur mineral seperti kalsium dan fosfor yang kadarnya lebih tinggi dibandingkan dengan Air Susu ibu (ASI), susu sapi dan susu onta yang sangat diperlukan oleh tubuh. Kadar air dalam dadih sebesar 38,85 % dan kalsium 0,018 %.

Setiady (1997), telah melakukan penentuan kandungan logam Tembaga (Cu) dan Timbal (Pb) dalam susu kental manis dengan menggunakan SSA. Penelitian dilakukan dengan menggunakan destruksi kering yaitu sampel yang akan dianalisis dipanaskan pada temperatur lebih dari 500 ^{o}C. Keuntungan yang

akan diperoleh selain sederhana, juga dapat terhindar dari pengotor seperti yang terdapat dalam metode destruksi basah. Kemungkinan yang dapat terjadi adalah terdapat reaksi antara unsur dengan bahan wadah atau kemasan. Destruksi kering material yang berisi unsur yang rendah dalam wadah silika. Unsur-unsur dalam fraksi yang besar akan terabsorbsi pada permukaan wadah atau kemasan dengan membentuk suatu silikat yang oleh adanya asam dapat terhancurkan secara keseluruhan (Sandel,1959).

Mineral essensial merupakan salah satu kebutuhan manusia yang dapat dipenuhi lewat pangan dan kandungannya dapat ditentukan dengan preparasi destruksi kering dan dan destruksi basah. Destruksi merupakan proses perusakan oksidatif dari bahan organik sebelum penetapan suatu analit anorganik atau untuk memecah ikatan dengan logam. Metode tersebut digunakan untuk menghilangkan efek matriks pada sampel.

Diana (2002), melakukan perbandingan metode destruksi kering dan basah untuk penetapan logam Besi (Fe) dan Zink (Zn) pada tepung terigu. Metode destruksi kering didasarkan pada SNI 19-2898-1992/Rev. 1998 dan metode destruksi basah berdasarkan pada validasi penetapan logam dalam sampel makanan menggunakan SSA. Dan hasilnya kedua destruksi layak untuk digunakan dalam penentuan logam Fe dan Zn, metode destruksi basah memberikan hasil yang lebih baik dibandingkan metode destruksi kering.

Dalam analisis dengan cara destruksi basah, bahan organik diuraikan dalam larutan oleh asam pengoksidasi pekat dan panas seperti H_2SO_4, HNO_3, dan $HClO_4$ sedangkan residu anorganiknya tertinggal dalam larutan sampel dilarutkan

dengan larutan asam. Spektroskopi Serapan Atom memiliki beberapa kelebihan diantaranya spesifik (analisis tertentu dengan panjang gelombang atau garis resonansi yang sesuai), selektif, dan sensitif untuk menganalisis logam. Ini disebabkan karena kecepatan analisisnya, ketelitian sampai tingkat runut, tidak memerlukan pemisahan pendahuluan, serta relatif murah dengan pengerjaan yang sederhana.

Oleh karenanya, Spektrofotometri Serapan Atom ini cocok dipergunakan untuk menentukan konsentrasi logam Timah (Sn), Seng (Zn), dan Timbal (Pb) dalam Susu Kental Manis (SKM) kemasan kaleng.

BAB III

DASAR TEORI

3.1 Komposisi Susu

Secara alamiah yang dimaksud dengan susu adalah hasil pemerahan sapi atau hewan menyusui lainnya, yang dapat dimakan atau dapat digunakan sebagai bahan makanan, yang aman dan sehat serta tidak dikurangi komponen-komponennya atau ditambah bahan-bahan lain. Sebagai bahan makanan/minuman susu mempunyai nilai gizi yang tinggi, karena mengandung unsur-unsur kimia yang dibutuhkan oleh tubuh seperti Kalsium, Phosphor, Vitamin A, Vitamin B dan Riboflavin yang tinggi. Komposisinya yang mudah dicerna dengan kandungan protein, mineral dan vitamin yang tinggi, menjadikan susu sebagai sumber bahan makanan yang fleksibel yang dapat diatur kadar lemaknya, sehingga dapat memenuhi keinginan dan selera konsumen. Susu termasuk jenis bahan pangan hewani, berupa cairan putih yang dihasilkan oleh hewan ternak mamalia dan diperoleh dengan cara pemerahan.

Susu yang baik apabila mengandung jumlah bakteri sedikit, tidak mengandung spora mikrobia pathogen, bersih yaitu tidak mengandung debu atau kotoran lainnya, mempunyai cita rasa (*flavour*) yang baik, dan tidak dipalsukan. Komponen-komponen susu yang terpenting adalah protein dan lemak. Kandungan protein susu berkisar antara 3 - 5 persen sedangkan kandungan lemak berkisar antara 3 - 8 persen. Kandungan energi adalah 65 kkal, dan pH susu adalah 6,7. Komposisi air susu rata-rata adalah sebagai berikut : Air (87,90%);

Kasein(2,70%); Lemak (3,45%); Bahan kering (12,10%); Albumin(0,50%); Protein (3,20%); Bahan Kering Laktosa (4,60%); Vitamin, enzim, gas (0,85 %).

3.2 Produk Susu dan Hasil Olahannya

3.2.1 Susu Skim (*Skim Milk*) dan Susu Krim (*Whole Milk / Full Cream*)

Susu Skim adalah susu segar yang tertinggal setelah krim diambil sebagian atau seluruhnya. Susu skim mengandung semua zat makanan dari susu kecuali lemak dan vitamin yang larut dalam lemak.

Susu Krim atau biasa dikenal dengan nama *Full Cream* adalah bagian dari susu yang kaya akan lemak yang timbul ke bagian atas dari susu pada waktu didiamkan ataupun dipisahkan dengan sentrifugal.

3.2.2 Susu Kental Manis dan Susu yang diuapkan

Secara umum istilah susu kental manis berarti susu yang dimaniskan, yakni susu yang berbentuk cairan kental, warna putih kekuningan atau warna lain yang tergantung dari aroma yang ditambahkan, dengan bau dan rasa khas.

Susu kental tak manis atau biasa disebut dengan susu yang diuapkan (*evaporated milk*) adalah susu dimana proses pembuatannya hampir sama dengan susu kental manis hanya dengan sedikit perubahan dengan tidak dilakukan penambahan sukrosa (Anonim, 1994).

3.2.3 Susu Kering atau susu bubuk

Produk-produk susu kering atau tepung susu adalah produk susu berwarna putih kekuningan, bau dan rasa khas susu, yang diperoleh dengan menghilangkan sebagian besar air dari susu dengan cara pengeringan yang pada umumnya melalui

proses pengabutan, dibuat sebagai kelanjutan dari proses penguapan biasa kadar air dikurangi sampai di bawah 5 % dan sebaiknya harus kurang dari 2 %.

3.2.4 Susu Steril

Susu steril adalah produk susu yang diperoleh dengan cara mensterilkan susu pada suhu tidak kurang dari 100 ºC selama waktu yang cukup untuk mencapai keadaan steril komersial, dan dikemas secara hermetis (proses pencegahan pembusukan produk pada penyimpanan dengan waktu yang lama) .

3.2.5 Susu UHT (*Ultra High Temperature Milk*)

Susu UHT ini adalah produk susu yang diperoleh dengan cara mensterilkan susu pada suhu tidak kurang dari 135 ºC selama 2 detik dan segera dikemas dalam wadah steril secara aseptis (pembebasan dari mikroorganisme biologis dengan cara dipanaskan pada suhu lebih dari 100 °C).

3.2.6 Es Krim (*Ice cream*)

Es Krim yakni susu dengan penambahan lemak susu ataupun dapat berupa lemak nabati atau krim maupun mentega dan dapat pula berupa campurannya dengan gula dan dengan atau tanpa penambahan bahan makanan lain.

3.2.7 Keju (*Cheese*)

Keju berupa produk susu berbentuk padat atau setengah padat yang diperoleh dengan cara mengkoagulasikan susu, krim, susu skim, komponen susu ataupun dapat berupa campurannya dengan enzim lainnya dengan atau tanpa penambahan rempah-rempah, dan bahan tambahan makanan yang diizinkan (Anonim, 1994).

3.2.8 Mentega; *Butter*

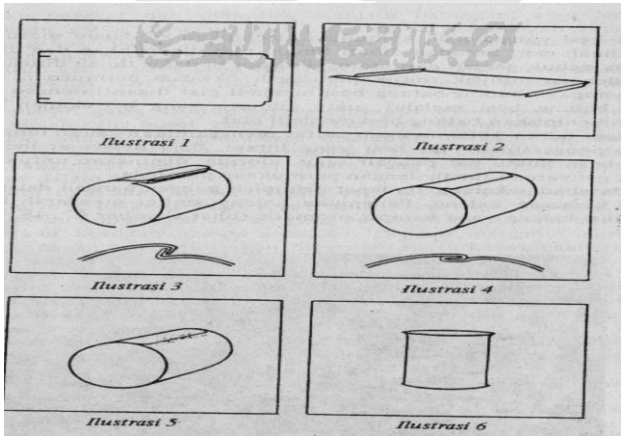
Menurut Standar Nasional Indonesia (SNI 01-3744-1995), mentega adalah produk makanan berbentuk padat lunak yang dibuat dari lemak atau krim susu atau campurannya, dengan atau tanpa penambahan garam (NaCl) atau bahan lain yang diizinkan, serta minimal mengandung 80 % lemak susu.

Mentega dapat dibuat dari lemak susu (terutama lemak susu sapi) yang manis (*sweet cream*) atau asam. Mentega dari lemak susu yang asam mempunyai cita rasa lebih kuat (Astawan, 2007).

3.3 Kaleng

Kaleng adalah lembaran baja yang disalut timah (Sn) atau berupa wadah yang dibuat dari baja dan dilapisi timah putih tipis dengan kadar tidak lebih dari 1,00-1,25% dari berat kaleng itu sendiri. Terkadang lapisan ini dilapisi lagi oleh lapisan bukan metal yaitu untuk mencegah reaksi dengan makanan ataupun minuman di dalamnya. Kelebihan menonjol dari kemasan ini adalah bisa dilakukannya proses sterilisasi, sehingga makanan yang disimpan di dalamnya menjadi steril, tidak mudah rusak, dan awet. Dan pengertian dari baja adalah logam alloy yang komponen utamanya adalah besi (Fe), dengan karbon sebagai material pengalloy utama. Baja dengan peningkatan jumlah karbon dapat memperkeras dan memperkuat besi, tetapi juga lebih rapuh. Definisi klasik, baja adalah besi-karbon alloy dengan kadar karbon sampai 5,1 persen; ironisnya, alloy dengan kadar karbon lebih tinggi dari ini dikenal dengan besi (Fe). Definisi yang lebih baru, baja adalah alloy berdasar besi yang dapat dibentuk secara plastik (http://id.wikipedia.org/wiki/Baja). Pada kaleng, daya ketahanan timah terhadap

korosi juga tidak sempurna, akan tetapi terhadap reaksi dengan makanan di dalamnya lebih lambat dibandingkan dengan baja. Bagi orang awam, kaleng sering diartikan sebagai tempat penyimpanan atau wadah yang terbuat dari logam dan digunakan untuk mengemas makanan, minuman, atau produk lain. Dalam pengertian ini, kaleng juga termasuk wadah yang terbuat dari aluminium (Al). Kaleng timah (*tin can*) merupakan pengembangan dari penemuan Nicolas Francois Appert pada dasawarsa 1800-an. Produk ini dipatenkan oleh seorang berkebangsaan Inggris, Peter Durand pada 1810. Berkat penemuan produksi massal, pada akhir abad ke-19, kaleng yang berbahan dasar timah (Sn) menjadi standar produk konsumen. Produk-produk makanan maupun minuman yang biasanya mengalami proses pengalengan ataupun menggunakan kaleng sebagai tempat (wadahnya) adalah produk-produk yang disterilisasi dengan panas. Proses pembuatan kaleng dapat dilihat pada gambar 1 dibawah ini.



Gambar 1. Proses pembuatan kaleng (Desrosier, 1988)

Keterangan :

(1) Bakal badan kaleng ditakik,

(2) Dibuat kait,

(3) Bakal badan kaleng dibentuk dengan mempertemukan kait ujung satu dengan yang lain,

(4) Bakal badan kaleng berkait dipipihkan untuk membentuk keliling samping,

(5) Bagian permukaan luar keliling dipatri, dan

(6) Bagian badan kaleng dibengkuk keluar dengan bentuk khusus untuk membuat bibir kaleng.

Dalam kemasan kaleng, makanan dapat dipanaskan hingga suhu yang sangat tinggi dan tekanan yang tinggi pula. Dengan demikian semua mikroba yang hidup bersama makanan tersebut akan mati. Karena kaleng juga ditutup dengan sangat rapat, maka mikroba baru tidak akan bisa masuk kembali ke dalamnya. Oleh karena itu makanan kaleng dapat disimpan hingga dua tahun dalam keadaan baik, tidak busuk, dan tidak beracun. Semua jenis makanan bisa dikemas didalam kaleng. Mulai dari daging, susu, ikan, sayuran, buah-buahan dan makanan olahan seperti sosis, bumbu nasi goreng hingga sayur lodeh. Kini kita bisa menyaksikan berbagai jenis makanan yang dikemas di dalam kaleng ada di warung atau toko kelontong (pasar tradisional) dan supermarket atau swalayan. Merknyapun bermacam-macam, baik produksi dalam negeri maupun impor. Jadi, umur tempat jalannya reaksi panas makanan selama penyimpanan ditentukan oleh daya tahan kaleng terhadap korosi.

Banyak sekali faktor yang mempengaruhi besarnya korosi pada kaleng bagian dalam, diantaranya :

a. Tingginya sisa oksigen dalam makanan.
b. Adanya akselator korosi, seperti Nitrat dan senyawa Sulfur lainnya.
c. pH makanan dalam kaleng
d. Suhu dan lama penyimpanan
e. Jenis kaleng dan lapisan penahan korosi

Biasanya besarnya korosi di bagian luar akan lebih mudah terkontrol, hal tersebut dikarenakan oleh :

a. Komposisi air pendingin (mengandung klor, melarutkan garam, dsb).
b. Ketipisan lapisan timah dan jenis kaleng yang digunakan.

Sedangkan untuk bagian dalam kaleng dihindarkan dari terjadinya karat ataupun reaksi terhadap makanan di dalamnya terutama reaksi dengan asam, yaitu dengan cara melapisinya dengan Enamel. Dan biasanya enamel yang dipakai adalah campuran dari Oleoresin Seng Oksida (ZnO). Oleh karenanya logam timah (Sn) dipilih sebagai bahan dasar pembentuk kaleng karena relatif tidak beracun dan menambah daya tarik kemasan karena berkilat dan tahan karat (http://id.wikipedia.org/wiki/Timah).

3.4 Karakteristik Logam Berat

3.4.1 Logam Timah (Sn)

Timah adalah sebuah unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki simbol Sn (bahasa Latin: *stannum*) dan nomor atom 50, bobot atom 118,710 sma, titik lebur 449,47 ºF dan titik didih 4716 ºF. Unsur ini merupakan logam miskin keperakan, dapat ditempa (*malleable*), tidak mudah teroksidasi dalam udara sehingga tahan karat, ditemukan dalam banyak alloy, dengan penampakan abu-abu keperakan mengkilap dan digunakan untuk melapisi logam lainnya untuk mencegah karat. Jumlah kecil timah dalam makanan kaleng tidak berbahaya terhadap manusia. Timah juga digunakan dalam pembuatan grenjeng rokok timah putih, pada longsongan peluru dari timah hitam (http://id.wikipedia.org/wiki/Timah).

Orang yang terpapar timah dalam jangka waktu lama. Misalnya pekerja, atau penduduk yang tinggal di sekitar industri yang menggunakan bahan timah hitam akan mengalami penyakit anemia, gejalanya terdapat garis biru hitam pada gusi, nyeri perut, konstipasi (sulit buang air besar), dan muntah. Oleh karenanya, harus diwaspadai adanya timah pada kemasan makanan dan minuman, peralatan yang mengandung timah misalnya baterai, cat, dan minyak bumi (Anonim, 2006).

3.4.2 Logam Seng (Zn)

Seng (Zn) adalah zat gizi esensial yang mungkin belum sepopuler zat gizi utama seperti karbohidrat, protein atau lemak. Seng berwarna putih kebiru-biruan dengan massa jenis 7,14 g/cm^3, memilki titik leleh 410ºC dan titik didih 906ºC.

Pada tabel periodik, seng termasuk golongan II B, memiliki nomor atom 30, dan berat molekul 65,37 sma. Meskipun termasuk dalam kelompok mikromineral (diperlukan dalam jumlah yang sangat sedikit). Seng sangat berperan luas terutama dalam hubungannya dengan berbagai penyakit akibat lemahnya pertahanan tubuh. Berdasarkan hasil berbagai riset, seng cukup berpengaruh terhadap pertumbuhan fisik maupun fungsi seksual. Sangat dibutuhkan untuk kesehatan sistem imunitas, pertumbuhan normal, pembentukan jaringan, kedewasaan seksual lelaki dan kerja dari berbagai jenis enzim. Lebih banyak seng yang dibutuhkan ketika jaringan baru harus dibentuk, misalnya untuk pemulihan dari pembedahan, pemulihan luka bakar, Mineral peningkat imunitas yang paling penting. Tak diragukan lagi Seng membantu tubuh memerangi infeksi. Gejala Defisiensi : Indra pembau dan indra perasa yang lemah (ketajaman organ pengecap), bercak-bercak putih di lebih dari dua kuku, sering infeksi, tanda-tanda tergores (*stretch marks*), jerawat atau kulit berminyak, kesuburan rendah, kulit pucat, kecenderungan mudah depresi, mengurangi daya konsentrasi (mudah mengantuk) kehilangan nafsu makan, mengurangi daya penyembuhan luka, kulit kering dan kasar, dan berat badan turun secara drastis (Anonim, 2007).

3.4.3 Logam Timbal (Pb)

Timbal adalah suatu unsur kimia dalam tabel periodik yang memiliki lambang Pb dan nomor atom 82. Lambangnya diambil dari bahasa Latin *Plumbum*. Logam ini termasuk dalam kelompok logam-logam golongan IV-A pada table periodik unsur kimia. Mempunyai nomor atom (NA) 82 dengan bobot

(BA) 207,2. Logam timbal merupakan logam yang tahan korosi, mempunyai titik lebur rendah sekitar 327,5 ˚C, memiliki kerapatan yang besar, dan sebagai penghantar listrik yang baik.

Timbal adalah logam berat yang terdapat secara alami di dalam kerak bumi dan tersebar ke alam dalam jumlah kecil melalui proses alami. Timbal dalam keseharian lebih dikenal dengan nama timah hitam. Timbal terakumulasi di lingkungan, tidak dapat terurai secara biologis dan toksisitasnya tidak berubah sepanjang waktu. Timbal bersifat toksik jika terhidup atau tertelan oleh manusia dan di dalam tubuh akan beredar mengikuti aliran darah, diserap kembali di dalam ginjal dan otak, dan disimpan di dalam tulang dan gigi.

Bagi kebanyakan orang, sumber utama asupan timbal adalah makanan yang biasanya mengandung 100-300 mikrogram/hari. Makanan/minuman yang dikemas dalam kaleng, terutama yang bersifat asam, terbukti dari hasil penelitian kadar Pb dalam kemasan kaleng sebesar 637,64 ± 94,25 ppm dan kadar Pb yang bermigrasi ke dalam makanan/minuman bisa mencapai 0,171 ± 0,02 ppm. Makanan yang mengandung kadar timbal yang tinggi adalah dari kelompok makanan kaleng. Pada tabel 1 menunjukkan kelompok makanan yang tercemar timbal.

Tabel 1. Kelompok makanan yang tercemar Timbal (Sibuea, 2000).

Kelompok Makanan	Kadar Timbal (mikrogram/kg)
1. Makanan kaleng	50 - 100
2. Hasil ternak (hati, ginjal)	150
3. Daging	50
4. Ikan	170
5. Udang dan kerang	>250
6. Susu sapi, buah dan sayuran	15 - 20

Hasil penelitian *The National Foof Processors Association* mengungkapkan, kehadiran partikel Pb merupakan salah satu sumber kontaminasi di dalam produk makanan/minuman yang dikalengkan. Keberadaan partikel Pb ini dapat berasal dari kaleng yang dilakukan pematrian pada proses penyambungan antara kedua bagian sisi dari *tin plate* untuk membentuk badan kaleng atau antara bagian badan kaleng dan tutupnya yang dipatri. Gejala dan tanda-tanda secara klinis akibat terpapar Pb yang timbul akan berbeda, seperti tersebut di bawah ini:

1. Terpapar secara akut

Timbal di udara yang dihirup manusia dapat menimbulkan gejala-gejala seperti kram perut, kolik, dan biasanya diawali dengan sembelit, mual, muntah-muntah. Sedangkan akibat yang lebih seperti sakit kepala, bingung atau pikiran kacau, sering pingsan dan koma. Pada anak-anak nafsu makan berkurang, sakit perut dan muntah, bergerak terasa kaku, kelemahan, tidak ingin bermain, peka terhadap rangsangan, sulit berbicara dan gangguan pertumbuhan otak dan koma.

2. Terpapar secara kronis

Keracunan Pb secara kronis berjalan lambat. Kelelahan, kelesuan, dan iritabilitas merupakan tanda awal dari *intoksikasi* Pb secara kronis. Dan paparan dengan dosis rendah sudah menimbulkan efek yang merugikan pada perkembangan dan fungsi dari sistem saraf pusat. Gejala lainnya adalah kehilangan *libido,* gangguan menstruasi, serta aborsi spontan pada wanita. Berbagai upaya dan tindakan pengamanan perlu dilakukan dalam rangka mencegah dan mengurangi pencemaran Pb, upaya tersebut di antaranya adalah dengan menghindari penggunaan peralatan-peralatan dapur atau tempat makanan atau minuman yang diduga mengandung Pb misalnya keramik berglasur, wadah yang dipatri atau mengandung cat, dan lain-lain (Cahyadi, 2004).

3.5 Spektrofotometri Serapan Atom

3.5.1 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 Serapan Atom adalah sistem (alat) yang dipakai untuk menghasilkan uap atom dalam sampel. (Anonim, 2003)

Cara kerja Spektroskopi Serapan Atom ini adalah berdasarkan atas penguapan larutan sampel, kemudian logam yang terkandung di dalamnya diubah menjadi atom bebas. Atom tersebut mengapsorbsi radiasi dari sumber cahaya yang dipancarkan dari lampu katoda (*Hollow Cathode Lamp*) yang mengandung unsur yang akan ditentukan. Banyaknya penyerapan radiasi kemudian diukur pada panjang gelombang tertentu menurut jenis logamnya (Darmono,1995).

Jika radiasi elektromagnetik dikenakan kepada suatu atom, maka akan terjadi eksitasi elektron dari tingkat dasar ke tingkat tereksitasi. Maka setiap panjang gelombang memiliki energi yang spesifik untuk dapat tereksitasi ke tingkat yang lebih tingggi. Besarnya energi dari tiap panjang gelombang dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$E = h \cdot \frac{C}{\lambda} \qquad \text{.....(1)}$$

Dimana E = Energi (Joule)

h = Tetapan Planck ($6{,}63 \cdot 10^{-34}$ J.s)

C = Kecepatan Cahaya ($3 \cdot 10^{8}$ m/s), dan

λ = Panjang gelombang (nm)

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 diantara 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. 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:

$A = \varepsilon . b . c$ atau $A = a . b . c$ .....(2)

Dimana :

A = Absorbansi

ε = Absorptivitas molar (mol/L)

a = Absorptivitas (gr/L)

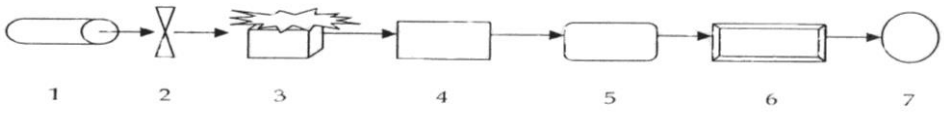
b = Tebal nyala (nm)

c = Konsentrasi (ppm)

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.

3.5.2 Instrumentasi Spektrofotometri Serapan Atom

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



Gambar 2. Diagram Spektrometer Serapan Atom atau SSA (Syahputra, 2004)

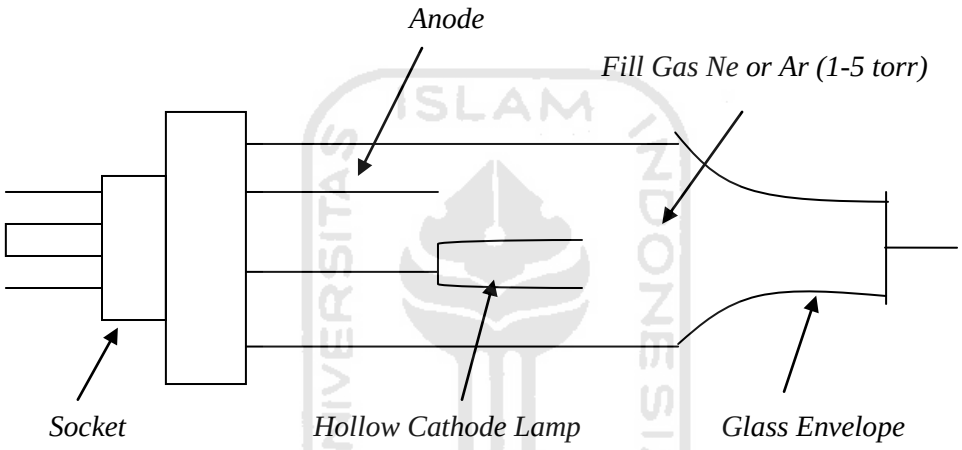
Keterangan : 1. Sumber sinar
2. Pemilah (*Chopper)*
3. Nyala
4. Monokromator
5. Detektor
6. Amplifier
7. Meter atau recorder

Komponen-komponen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)

1. Sumber Sinar

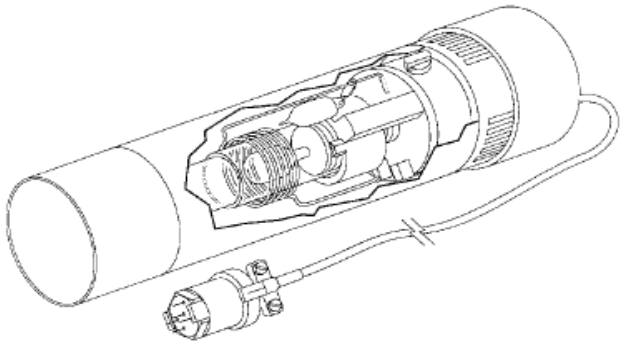
Sumber radiasi SSA adalah *Hallow Cathode Lamp* (HCL). Setiap pengukuran dengan SSA kita harus menggunakan *Hallow Cathode Lamp* khusus misalnya akan menentukan konsentrasi tembaga dari suatu cuplikan. Maka kita harus menggunakan *Hallow Cathode* khusus. *Hallow Cathode* akan memancarkan energi radiasi 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 dengan yang akan dianalisis dan anoda yang terbuat dari tungsten. Dengan pemberian tegangan pada arus tertentu, logam mulai memijar dan dan atom-atom logam katodanya akan teruapkan dengan pemercikan. Atom akan tereksitasi kemudian mengemisikan radiasi pada panjang gelombang tertentu (Khopkar, 1990). Dan secara jelas dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Diagram skematik lampu katoda cekung (Khopkar, 1990).

Sumber radiasi lain yang sering dipakai adalah ”*Electrodless Dischcarge Lamp*” lampu ini mempunyai prinsip kerja hampir sama dengan *Hallow Cathode Lamp* (lampu katoda cekung), tetapi mempunyai *output* radiasi lebih tinggi dan biasanya digunakan untuk analisis unsur-unsur As dan Se, karena lampu HCL untuk unsur-unsur ini mempunyai signal yang lemah dan tidak stabil yang bentuknya dapat dilihat pada Gambar 4.

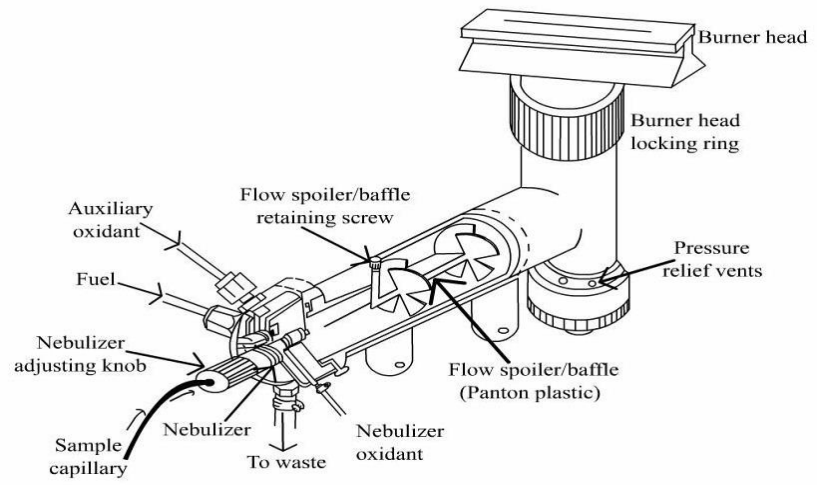


Electrodeless discharge lamp.

Gambar 4. *Electrodless Dischcarge Lamp* (Anonim, 2003)

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. Dengan kedua jenis nyala ini, kondisi analisis yang sesuai untuk kebanyakan analit dapat ditentukan dengan menggunakan metode-metode emisi, absorbsi dan juga fluorosensi.



Gambar 5. Instrumentasi sumber atomisasi (Anonim, 2003)

1. Nyala udara asetilen

Biasanya menjadi pilihan untuk analisis mengunakan SSA. 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.

Prinsip dari SSA, 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 diantara 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 dari unsur-unsur yang bersangkutan. Panjang gelombang yang dihasilkan oleh sumber radiasi adalah sama dengan panjang gelombang yang diabsorbsi oleh atom dalam nyala.

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.

3.5.3 Optimasi peralatan Spektrofotometri Serapan Atom

Pada peralatan optimasi Spektrofotometri Serapan Atom agar memberikan wacana dan sejauh mana sensitivitas dan batas deteksi alat terhadap sampel yang akan dianalisis, optimasi pada peralatan SSA meliputi:

- Pemilihan persen (%) pada transmisi
- Lebar celah (*slith width*)
- Kedudukan lampu terhadap *focus slit*
- Kemampuan arus lampu *Hallow Cathode*
- Kedudukan panjang gelombang (λ)
- Set monokromator untuk memberikan sinyal maksimum
- Pemilihan nyala udara tekanan asetilen
- Kedudukan *burner* agar memberikan absorbansi maksimum
- Kedudukan atas kecepatan udara tekan
- Kedudukan atas kecepatan asetilen.

Tabel 2. Kondisi SSA untuk analisis logam Sn,Zn, dan Pb (Rohman, 2007)

Logam	Panjang gelombang (nm)	Tipe nyala	Kisaran kerja (µg/L)	Batas Deteksi (µg/L)
Sn	224,6	UH	15-60	0,03
Zn	213,9	UA	0,4-1,6	0,001
Pb	217	UA	5-20	0,015

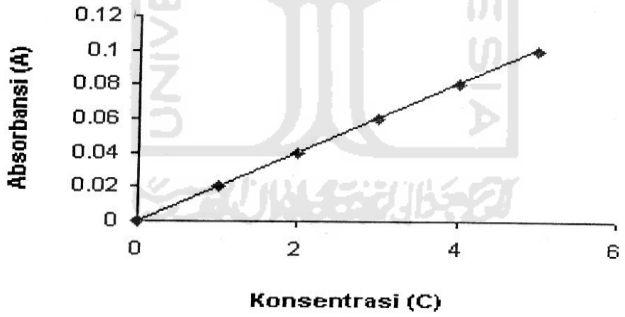
Keterangan : UA = Udara-asetilen
UH = Udara-Hidrogen

3.5.4 Teknik-teknik analisis

Dalam analisa secara spektrometri teknik yang biasa dipergunakan antara lain:

1. 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 = ε. B atau slope = a.b, konsentrasi larutan sampel diukur dan diintropolasi ke dalam kurva kalibrasi atau di masukkan ke dalam persamaan regresi linear pada kurva kalibrasi sperti yang ditunjukkan pada gambar 6.



Gambar 6. Kurva kalibrasi (Syahputra, 2004)

2. Metode standar tunggal

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

Dari hukum Beer diperoleh:

$A_{std} = \varepsilon . B . C_{std}$ $A_{smp} = \varepsilon . B . C_{smp}$

$\varepsilon . B = A_{std}/C_{std}$ $\varepsilon . B = A_{smp}/C_{smp}$

Sehingga:

$A_{std}/C_{std} = A_{smp}/C_{smp}$ $C_{smp} = (A_{smp}/A_{std}).C_{std}$ .....(3)

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

3. 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:

$A_x = k.C_x$; $A_T = k(C_s+C_x)$ .....(4)

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:

$C_x = C_s \times \{A_x/(A_T-A_x)\}$ .....(5)

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:

$C_x = C_s \times \{A_x/(0-A_x)\}$; $C_x = C_s \times (A_x/-A_x)$ .....(6)

3.5.5 Gangguan dalam Spektrofotometri Serapan Atom

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

1. 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 fospat akan bereaksi dengan kalsium dalam nyala menghasilkan pirofospat ($Ca_2P_2O_7$). 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 fospat dibanding dengan kalsium sehingga reaksi antara kalsium dengan fospat 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 fospat 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.

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 SSA 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 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 (Syahputra, 2004).

3.7 Hipotesis penelitian

Berdasarkan tinjauan pustaka dan kajian teori, maka hipotesis dapat disusun sebagai berikut :

Jika produk Susu Kental Manis (SKM) menggunakan kemasan kaleng maka akan terdapat logam berat Timah (Sn), Seng (Zn) , dan Timbal (Pb).

BAB IV

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan besarnya kandungan logam Sn, Zn dan Pb pada produk Susu Kental Manis (SKM) kemasan kaleng dengan Standar S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89. Alat yang dipakai untuk menganalisis logam Sn, Zn dan Pb adalah dengan menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom merk Perkin-Elmer 5100 PC untuk analisis logam Pb dan Zn dan Seperangkat instrument Spektroskopi Serapan Atom merk Perkin-Elmer 3110 untuk analisis logam Sn.

4.1 Alat dan Bahan

4.1.1 Alat-alat yang digunakan

1. Seperangkat instrumen Spektroskopi Serapan Atom merk Perkin-Elmer 5100 PC untuk analisis logam Pb dan Zn
2. Seperangkat instrumen Spektroskopi Serapan Atom merk Perkin-Elmer 3110 untuk analisis logam Sn
3. Peralatan gelas Laboratorium
4. Neraca analitik
5. *Hot Plate* stirer Heildolph MR 3001
6. Kertas Saring Whatman no 42

4.1.2 Bahan-bahan yang digunakan

1. Larutan standar Sn merek spektrosol

2. Larutan standar Zn merek spektrosol

3. Larutan standar Pb merek spektrosol

4. Larutan HNO_3 65% (merck)

5. Sampel :

Susu Kental Manis dari :

a. Supermarket (SKMS A) : masa kadaluarsa Januari 2008 *Batch* CE 290407 L 6.2
(SKMS B) : masa kadaluarsa Maret 2008 *Batch* CE 070607 E 1.B
(SKMS C) : masa kadaluarsa Mei 2008 *Batch* CE 150507 J 4.2

b. Toko Kelontong (SKMK D) : masa kadaluarsa Januari 2008 *Batch* CE 290407 L 6.2
(SKMS E) : masa kadaluarsa Maret 2008 *Batch* CE 070607 E 1.B
(SKMS F) : masa kadaluarsa Mei 2008 *Batch* CE 150507 J 4.2

6. Aquabides.

4.2 Cara Pengambilan sampel

Pengambilan sampel dari satu populasi dan setiap populasi memiliki kesempatan yang sama untuk dipilih sebagai sampel atau menggunakan teknik sampling *non probabilility*.

Populasi sasaran

Dalam penelitian ini, Populasi yang dipilih adalah produk Susu Kental Manis (SKM) kemasan kaleng dengan merk ‘x’ dan diberi kode (KA, KB, KC) yang dibeli di Toko Kelontong dan kode (SD, SE, SF) yang dibeli dari Supermarket yang berada di wilayah Jalan Kaliurang Jogjakarta, masing-masing produk memiliki masa kadaluarsa bulan Januari 2008, Maret 2008, dan Mei 2008.

Batasan Masalah

Penelitian ini dibatasi pada analisis kandungan logam Timah (Sn), Seng (Zn), dan Timbal (Pb) dalam sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng yang dibeli pada tempat berbeda yaitu Supermarket dan Toko kelontong dengan batasan kadaluarsa yang berbeda (Januari 2007, Maret 2007, dan Mei 2008) menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Definisi:

Toko Kelontong atau warung (pasar tradisional) :

Toko yang umumnya menjual kebutuhan primer (barang-barang pokok), mempunyai luas bangunan yang tidak begitu besar karena barang yang dijual tidak terlalu banyak, dan fasilitasnya kurang lengkap (tempat parkir pengunjung, pendingin ruangan, troli/keranjang belanja, rak tempat penyimpan barang).

Supermarket atau swalayan :

Toko yang tidak hanya menjual kebutuhan primer, tetapi sekunder serta tersier, luas bangunan yang besar, penataan barang dagangan yang rapi berdasarkan klasifikasinya, dan fasilitas yang memadai (tempat parkir pengunjung, pendingin ruangan, troli/keranjang belanja, rak tempat penyimpan barang) .

4.3 Cara Penelitian

4.3.1 Pembuatan Larutan

4.3.1.1 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 Sn 10,0 mg/L; 20,0 mg/L; 30,0 mg/L; 40,0 mg/L dan 50,0 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 mL; 2 mL; 3 mL; 4 mL dan 5mL larutan baku 100 mg/L ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan sampai batas.

4.3.1.2 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 Zn 0,2 mg/L; 0,4 mg/L; 0,6 mg/L; 0,8 mg/L dan 1 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 0,2 mL; 0,4 mL; 0,6 mL; 0,8 mL dan 1mL

larutan baku 10 mg/L ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan sampai batas.

4.3.1.3 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 Pb 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.

Dari grafik Kurva Standar terdapat hubungan antara Konsentrasi (C) dengan Absorbansi (A) maka nilai yang dapat diketahui adalah nilai *Slope* dan *Intersep*, Kemudian nilai Konsentrasi sampel dapat diketahui dengan memasukkan ke dalam persamaan regresi linear dengan menggunakan hukum Lambert-Beer yaitu:

$$Y = Bx + A$$

Dimana : Y = Absorbansi Sampel B = *Slope*

X = Konsentrasi sampel A = *Intersep*

Dari perhitungan regresi linear, maka dapat diketahui persentase dari sampel dengan menggunakan rumus :

$$\text{C Sebenarnya} = \frac{\text{C pembacaan x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

4.3.2 Kondisi Pengukuran Alat Spektroskopi Serapan Atom

4.3.2.1 Untuk Logam Sn

Pengukuran konsentrasi 1,0 ppm Sn larutan diukur pada :

1. Panjang gelombang pada 224,6nm
2. Laju alir asetilen pada 4,0 L/menit
3. Laju alir udara pada 6,0 L/menit
4. Lebar celah pada 0,2 nm
5. Kuat arus HCL 15,0 µA
6. Tinggi burner 4,0 mm

4.3.2.2 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 10,0 L/menit
4. Lebar celah pada 0,7 nm
5. Kuat arus HCL 10,0 µA
6. Tinggi burner 2,0 mm.

4.3.2.3 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.

5. Kuat arus HCL 10,0 µA

6. Tinggi burner 2,0 mm

4.3.3 Penentuan Konsentrasi Logam Sn, Zn dan Pb pada Sampel Susu Kental Manis (SKM) kemasan kaleng

Susu Kental Manis Kemasan Kaleng seluruhnya dituang kedalam wadah plastik dan dihomogenkan dengan menggunakan sendok plastik. Kemudian ditimbang secara tepat 10 gr sampel ke dalam gelas beker ukuran 250 mL lalu ditambahkan dengan aquabides 20 mL dan 5 mL HNO_3 65%. kemudian dipanaskan selama 1 menit pada *hot plate* hal ini dimaksudkan untuk menguapkan sebanyak mungkin zat organik yang ada. Kemudian disaring dengan kertas saring Whatman no 42 ke dalam labu takar 50 mL dan diencerkan dengan menggunakan aquabides sampai tanda. Maka larutan ini merupakan larutan sampel yang digunakan untuk menentukan konsentrasi logam Sn, Zn, dan Pb pada sampel dengan menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom (James, 1999).

BAB V

PEMBAHASAN

5.1 Optimasi Analisis

5.1.1 Optimasi Alat

Kandungan logam Sn, Zn, dan Pb dalam susu kental manis kemasan kaleng dapat ditentukan dengan menggunakan metode nyala Spektroskopi Serapan Atom dengan menggunakan campuran bahan bakar udara asetilen. Alat Spektroskopi Serapan atom terlebih dahulu harus dioptimasi untuk memperoleh hasil analisis yang baik dan sempurna. Kondisi optimasi analisis logam Sn, Zn dan Pb dengan metode nyala Spektroskopi Serapan Atom dilakukan agar di peroleh populasi atom pada tingkat 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 eksitasi. Semakin banyak atom pada keadaan dasar, maka radiasi-radiasi yang diserap akan makin banyak, pada kondisi optimum akan diperoleh serapan maksimal.

Kondisi optimum parameter pada alat Spektroskopi Serapan Atom yang perlu mendapatkan perhatian adalah : panjang gelombang, laju alir pembakar, laju alir oksidan, kuat arus lampu katoda cekung (*Hallow Catode Lamp*), Lebar celah dan tinggi pembakar Burner. Pada kondisi optimum perubahan serapan akibat perubahan konsentrasi akan lebih sensitif kondisi optimum peralatan Spektroskopi Serapan Atom disajikan pada Tabel 3.

Tabel 3. Kondisi Optimum Peralatan Spektroskopi Serapan Atom merk Perkin Elmer tipe 5100 untuk logam Pb dan Zn, Serta Perkin Elmer tipe 3110 untuk logam Sn

No	Parameter	Satuan	Sn	Zn	Pb
1	Panjang gelombang	nm	224,6	213,9	283,3
2	Laju alir Asetilen	L/menit	4,0	2,0	2,0
3	Laju alir Udara	L/menit	6,0	10,0	10,0
4	Kuat arus HCL	µA	15,0	10,0	10,0
5	Lebar Celah	nm	0,2	0,7	0,7
6	Tinggi Burner	mm	4,0	2,0	2,0

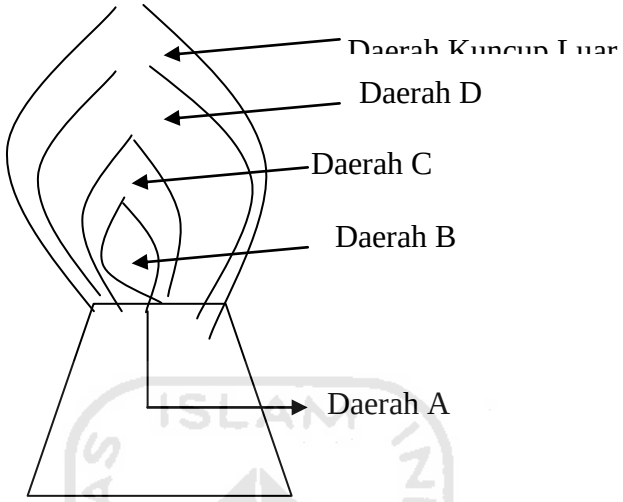
Pada penentuan kandungan Logam Timah, Seng dan Timbal dalam Susu Kental Manis kemasan kaleng dilakukan pada panjang gelombang 224,6 nm; 213,9 nm; 283,3 nm. Panjang gelombang ini merupakan panjang gelombang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi. Bila atom pada tingkat energi dasar (*ground state*) diberi energi yang sesuai, maka energi tersebut akan diserap dan atom-atom tersebut akan terseksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi (*exited state*), atom tidak stabil sehingga sehingga akan kembali ke tingkat energi dasar dengan melepas sejumlah energi dalam bentuk sinar panjang gelombang optimum untuk Timah (Sn), Seng (Sn), dan Timbal (Pb) berturut-turut adalah : 224,6 nm; 213,9 nm; 283,3 nm.

Maka setiap panjang gelombang mempunyai energi yang spesifik. Timbal mempunyai energi sebesar 7,0134 .10 $^{-8}$ Joule, dimana dengan energi tersebut akan menyebabkan atom Pb dalam keadaan dasar (Pb ^{o}) tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi (Pb *) sedangkan energi yang dibutuhkan oleh atom Zn untuk dapat tereksitasi adalah 9,2889.10^{-8} Joule, dan Sn adalah 8,8463.10^{-8} Joule.

Sedangkan untuk optimasi kuat arus lampu katoda cekung yang dianjurkan tergantung pada unsur yang akan dianalisis dan bervariasi dari 3-25 mA (Pecsok, 1976). Pada penelitian ini absorbansi maksimum diperoleh pada kuat arus 10,0µA untuk logam Pb dan Zn, sedangkan logam Sn adalah 15,0 µA. Laju alir gas pembawa berpengaruh terhadap proses pengatoman, sehingga perlu dicari laju alir yang optimum dalam suatu analisis cuplikan. Pada penelitian ini digunakan asetilen sebagai bahan bakar dan udara sebagai oksidan laju alir bahan bakar dan oksidan yang dibutuhkan tergantung pada ukuran pembakar dan komponen-komponen sampel, untuk nyala udara-asetilen, laju asetilen berkisar 2-5 L/menit dan laju udara 5-15 L/menit (Pecsok, 1976).

Pada penelitian ini, absorbansi maksimal yang diperoleh pada laju alir asetilen adalah 4,0 L/menit untuk logam Timah (Sn); 2,0 L/menit untuk logam Seng (Zn); dan 2,0 L/menit untuk logam Timbal (Pb). Sedangkan laju alir udara untuk logam Seng dam Timbal adalah sebesar 10,0 L/menit dan logam Timah adalah 6,0 L/menit. Atom- atom dalam nyala tidak merata distribusinya karena di dalam nyala terdapat beberapa daerah panas. Larutan cuplikan masuk ke dalam daerah A dalam bentuk butir-butir halus tercampur dengan udara-asetilen. Di daerah B air akan menguap disebabkan oleh konduksi dan radiasi panas dari daerah C. Dalam daerah C ini terjadi penguapan dan peruraian menjadi atom. Di daerah ini pula dimulai proses serapan dan emisi. Atom yang berubah menjadi oksida dalam daerah C, akan keluar melalui daerah D. Selanjutnya dibuang ke kuncup luar, optimasi tinggi pembakar dimaksudkan untuk mencari daerah C,

agar pengukuran cukup sensitif (Aziz.A, 1994). Gambar selengkapnya dapat dilihat pada Gambar 7.



Gambar 7. Diagram Nyala pada pembakar *Burner* (Aziz.A, 1994)

Pada penelitian ini, tinggi pembakar burner optimum yang dapat digunakan untuk memberikan jalannya nyala untuk meningkatkan kepekaan untuk logam :

Timah (Sn) adalah = 4,0 mm

Seng (Zn) adalah = 2,0 mm, dan

Timbal (Pb) adalah = 2,0 mm

Lebar celah dapat mengontrol gangguan spektra tertentu misalnya garis-garis yang terabsorbsi dari gas pengisi lampu katoda cekung. Gangguan-gangguan ini dapat dikontrol dengan mengurangi lebar celah. Semakin kecil lebar celah yang digunakan, maka semakin kecil gangguan gangguan spektra. Pada penelitian ini, kondisi optimum lebar celah untuk logam Sn adalah 0,2 nm; logam Zn dan Pb adalah 0,7 nm. Data selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 1.

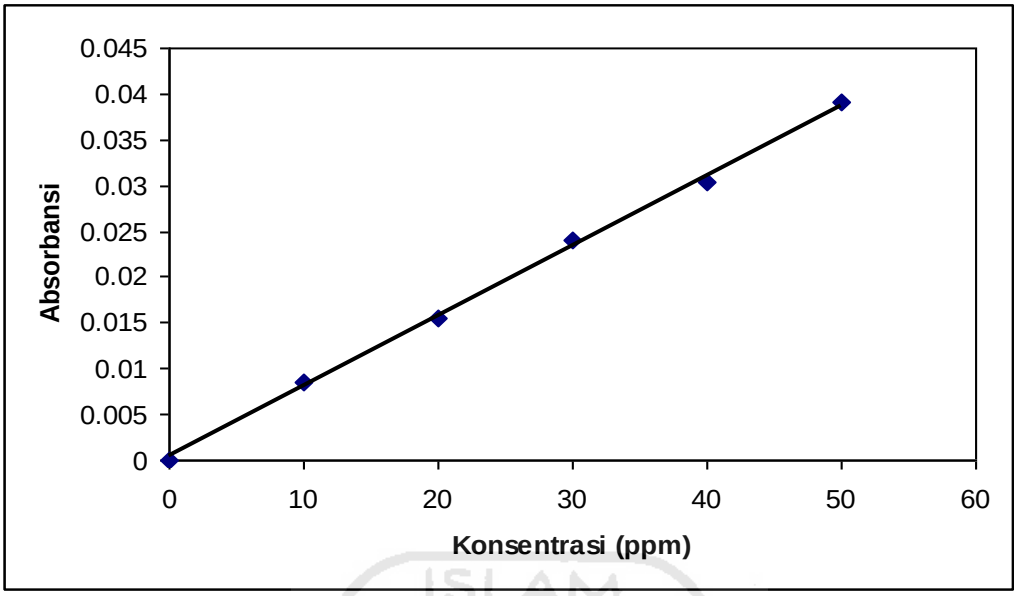
5.1.2 Optimasi Kurva Kalibrasi

Kurva standar kalibrasi dibuat berdasarkan hukum Lambert-Beer. Yaitu A=abc. Absorbansi (A) sebagai Absis. Oleh karena itu, konstanta yang harga perkaliannya ditentukan oleh Slope adalah nilai untuk a dan b. Sehingga jika dibuat kurva absorbansi lawan konsentrasi larutan standar, maka dapat diperoleh kurva garis lurus. Dari perhitungan regresi linier yaitu y =bx+a, maka penarikan garis lurus dapat dilihat atau diambil.

Hubungan linear antara X dan Y dapat diketahui melalui harga koefisien korelasi (r). Pada umumnya r = 0,999 berarti kurva linear memiliki slope positif (Khozanah, 2004).

5.1.2.1 Larutan Standar Timah (Sn)

Larutan standar Sn dibuat dari spektrosal murni 1000 ppm. Pengukuran absorbansi larutan standar menggunakan alat nyala SSA. Dimana absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum. Kurva kalibrasi larutan standar logam Sn dapat dilihat pada Gambar 8.

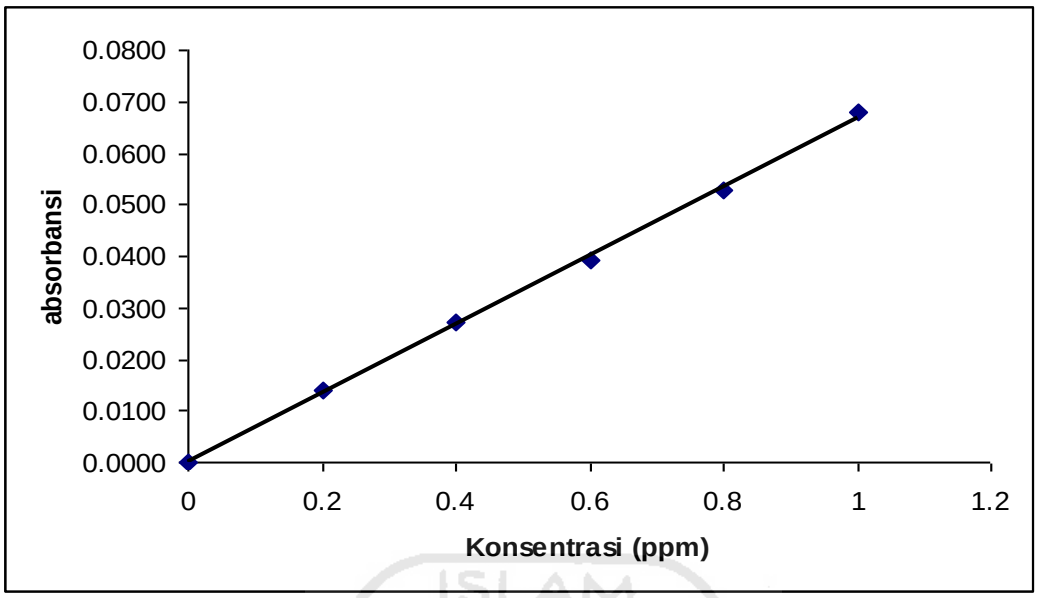


Gambar 8. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Sn

Dari grafik di atas menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula absorbansi. Dengan menggunakan kalkulator Casio fx 350 MS sehingga didapatkan persamaan linear y = bx+a, yaitu y = 0,000768x + 0,000367 dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,999332. Dimana y adalah absorbansi, b adalah slope, dan x adalah konsentrasi dan a adalah intersep (Data regresi linear larutan standar Sn selengkapnya disajikan pada Lampiran 2).

5.1.2.2 Larutan Standar Seng (Zn)

Larutan standar Zn dibuat dari spektrosal murni 1000 ppm. Pengukuran absorbansi larutan standar menggunakan alat nyala SSA. Dimana absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum. Kurva kalibrasi larutan standar logam Sn dapat dilihat pada Gambar 9.

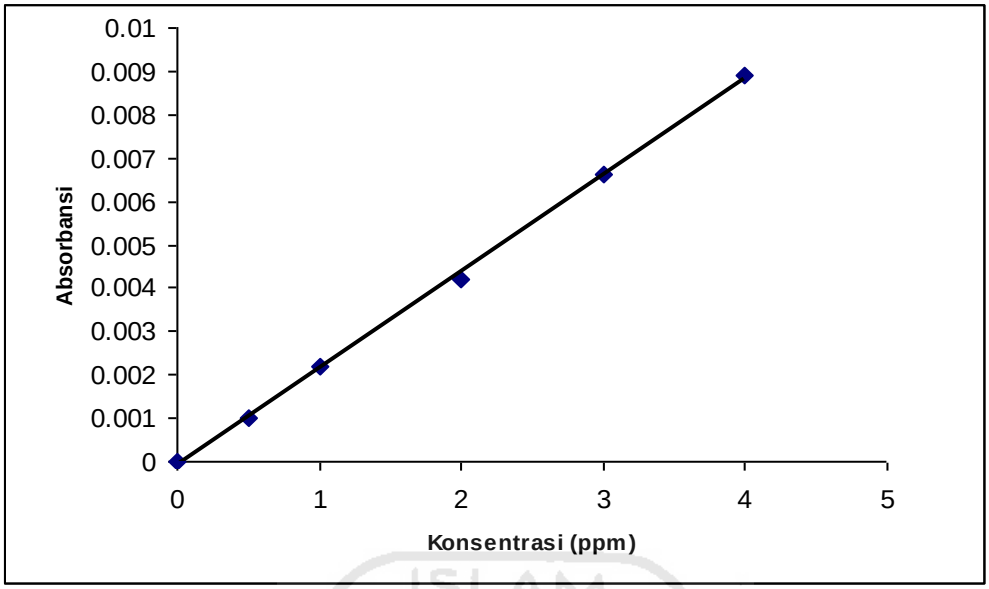


Gambar 9. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Zn

Dari grafik di atas menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula absorbansi. Dengan menggunakan kalkulator Casio fx 350 MS sehingga didapatkan persamaan linear y = bx+a, dengan y = 0,06692x + $5{,}238.10^{-5}$ dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,99954. Dimana y adalah absorbansi, b adalah slope, dan x adalah konsentrasi dan a adalah intersep (Data regresi linear larutan standar Sn selengkapnya disajikan pada Lampiran 2).

5.1.2.2 Larutan Standar Timbal (Pb)

Larutan standar Pb dibuat dari spektrosal murni 1000 ppm. Pengukuran absorbansi larutan standar menggunakan alat nyala SSA. Dimana absorbansi menunjukkan kemampuan sampel untuk menyerap radiasi elektromagnetik pada panjang gelombang maksimum. Kurva kalibrasi larutan standar logam Pb dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Pb

Dari grafik di atas menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi semakin tinggi pula absorbansi. Dengan menggunakan kalkulator Casio fx 350 MS sehingga didapatkan persamaan linear y = bx+a, dengan y = 0,00222526x + ($-7{,}754.10^{-5}$) dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,99961. Dimana y adalah absorbansi, b adalah slope, dan x adalah konsentrasi dan a adalah intersep (Data regresi linear larutan standar Sn selengkapnya disajikan pada Lampiran 2).

5.2 Sampling

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah Susu Kental Manis kemasan kaleng. Dimana sampel dipilih secara *random non probability* atau sesuai dengan tujuan penelitian. Sampel yang berjumlah 6 buah terbagi atas 3 buah yang diperoleh dari toko Kelontongan (pasar tradisional) dan 3 buah dari toko Supermarket.

Tiap tiap sampel memiliki masa kadaluarsa yang berbeda dan diberi kode:

1. Sampel A Susu Kental Manis kemasan kaleng diperoleh dari toko Kelontongan dengan masa kadaluarsa bulan Januari 2008 kode : KA
2. Sampel B Susu Kental Manis kemasan kaleng diperoleh dari toko Kelontongan dengan masa kadaluarsa bulan Maret 2008 kode : KB
3. Sampel C Susu Kental Manis kemasan kaleng diperoleh dari toko Kelontongan dengan masa kadaluarsa bulan Mei 2008 kode : KC
4. Sampel D Susu Kental Manis kemasan kaleng diperoleh dari toko Supermarket dengan masa kadaluarsa bulan Januari 2008 kode SD
5. Sampel E Susu Kental Manis kemasan kaleng diperoleh dari toko Supermarket dengan masa kadaluarsa bulan Maret 2008 kode : SE
6. Sampel F Susu Kental Manis kemasan kaleng diperoleh dari toko Supermarket dengan masa kadaluarsa bulan Mei 2008 kode : SF

5.3 Penentuan Kandungan Timah, Seng dan Timbal dalam Susu Kental Manis Kemasan Kaleng

Analisis suatu unsur logam dalam suatu sampel dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), suatu sampel haruslah dalam bentuk larutan dan ini biasanya membutuhkan destruksi untuk memecah ikatan Sn, Zn, dan Pb dengan unsur-unsur organik dalam suatu sampel.

Preparasi sampel merupakan langkah yang penting dalam analisis unsur-unsur mikro yang menggunakan pengukuran Spektrofotometri Serapan Atom. Pemilihan metode preparasi sampel sangat mempengaruhi hasil yang akan didapatkan nantinya. Dalam menganalisis konsentrasi suatu logam di dalam suatu sampel, ternyata semua elemen ataupun komponen dalam hal ini yang tidak ingin kita amati dapat menyebabkan kenaikan ataupun penurunan konsentrasi logam yang ingin kita analisis, untuk itu perlu dilakukan pengenceran larutan sampel untuk menurunkan konsentrasi logam yang tidak kita inginkan tersebut pada tekanan yang tidak menyebabkan gangguan yang signifikan.

Pada tahap preparasi sampel, bahan-bahan organik yang ada dalam sampel harusa di destruksi terlebih dahulu. Ada 2 prosedur yang umum digunakan untuk mendestruksi bahan-bahan organik dalam cuplikan yaitu dengan oksidasi basah (*wet oxidation*) dan pengabuan kering (*dry ashing*). Fungsi dari destruksi adalah untuk memutus ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Dalam penelitian ini digunakan destruksi basah karena pada umumnya destruksi basah dapat dipakai untuk menentukan unsur-unsur dengan konsentrasi yang rendah. Agar unsur-unsur tersebut tidak saling mengganggu dalam analisis, maka salah satu unsur harus di hilangkan, dengan adanya proses destruksi tersebut diharapkan yang tertinggal hanya logam-logamnya saja. Dalam analisis Susu Kental Manis kemasan kaleng ini menggunakan HNO_3 65% yang berfungsi sebagai destruktor. Larutan ini dipakai untuk bahan-bahan organik yang sulit dihancurkan. Dan dilakukan pemanasan untuk menyempurnakan destruksi. Selanjutnya diencerkan dengan menggunakan aquabidest. Lalu dianalisis dengan

alat nyala SSA merek Perkin Elmer tipe 5100 PC untuk logam Zn dan Pb serta Perkin Elmer tipe 3110 untuk analisis logam Sn. Penelitian penentuan logam Sn, Zn, dan Pb dalam sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng menggunakan SSA nyala, yaitu dengan asetilen sebagai bahan bakar dan udara sebagai oksidan. 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 mengunakan metode nyala SSA adalah larutan sampel yang dianalisis harus memenuhi ketentuan bahwa larutan sampel harus berada dalam matrik yang identik dengan larutan standar.

Teknik yang digunakan dalam analisis ini adalah metode kurva kalibrasi, dalam metode ini dibuat seri larutan standar dengan berbagai konsentrasi dan absorbansi dari larutan tersebut yang kemudian diukur dengan Spektrofotometri Serapan Atom. Langkah selanjutnya adalah membuat grafik antara konsentrasi (c) dengan absorbansi (a) yang merupakan garis lurus melewati titik nol. Dengan menggunakan program regresi linear akan didapat persamaan $y = bx + a$. Dari hasil analisis didapatkan data absorbansi dan konsentrasi sampel untuk logam Sn, Zn dan Pb pada Tabel 4 (dapat dilihat pada Lampiran 3).

Tabel 4. Hasil analisis sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng untuk logam Sn, Zn, dan Pb

Sampel	Parameter	Abs	Konsentrasi (mg/Kg)	Kadar max menurut BPOM (mg/Kg)
K A	Sn	0,00023	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0286	2,1326 ± 0,0253	40,0
	Pb	0,0000	ttd	0,3
K B	Sn	0,0002	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0318	0,4743 ± 0,0131	40,0
	Pb	0,0009	2,1560 ± 0,3445	0,3
K C	Sn	0,00036	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0377	2,8125 ± 0,0476	40,0
	Pb	0,0000	ttd	0,3
S D	Sn	0,00036	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0309	2,3045 ± 0,0355	40,0
	Pb	0,0001	0,3980 ± 0,2658	0,3
S E	Sn	0,0033	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0355	2,6481 ± 0,3567	40,0
	Pb	0,0000	ttd	0,3
S F	Sn	0,0030	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0470	3,5072 ± 0,0513	40,0
	Pb	0,0000	ttd	0,3

Keterangan :
KA, KB, KC = Susu Kental Manis Kelontongan masa kadaluarsa Januari, Maret, Mei
SD, SE, SF = Susu Kental Manis Supermarket masa kadaluarsa Januari, Maret, Mei
ttd = Tidak terditeksi
* untuk produk yang dikemas dalam kaleng

Dari data Absorbansi yang di peroleh dari masing-masing parameter kemudian di masukkan dalam kurva kalibrasi larutan standar logam Sn, Zn, dan Pb. Sehingga diperoleh konsentrasi logam Sn, Zn dan Pb dalam satuan mg/L. Dan dari hasil perhitungan didapatkan konsentrasi sampel dalam satuan mg/Kg (ppm) sampel. Karena Susu Kental Manis (SKM) yang dianalisis menggunakan kemasan kaleng, Kerusakan produk pangan kalengan terutama disebabkan karena interaksi antara logam dasar pembuat kaleng, dan hal yang di takutkan adalah terjadinya

korosi oleh logam-logam pembentuk kemasan, dimana pengertian dari korosi adalah reaksi logam menjadi ion pada permukaan logam yang kontak langsung dengan lingkungan berair dan oksigen. yaitu logam Sn yang dapat menyebabkan perubahan yang tidak diinginkan seperti perubahan warna, terjadi *off-flavour*, kehilangan nilai nutrisi, kekeruhan pada sirup dan terbentuknya karat pada kaleng. Selain itu bagian sambungan kaleng yang disolder dapat menyebabkan terjadinya kontak antara Sn dan Pb dari solder dengan produk pangan yang memiliki kadar asam rendah sehingga terjadi *sulfide stain* atau noda hitam pada produk kalengan.

Salah satu penyebab korosi pada kaleng adalah suhu, kelembaban,tempat penyimpanan dan bahan-bahan yang bersifat korosif. Dalam hal ini yang termasuk korosi akibat suhu, kelembaban, tempat penyimpanan adalah toko Kelontong dan Supermarket .

Logam Timah (Sn) sebagai bahan utama pembentuk kaleng kemasan Susu Kental Manis (SKM) daya tahan terhadap korosinya tidaklah sempurna, akan tetapi terhadap reaksi dengan makanan di dalamnya lebih lambat dibandingkan dengan baja. Hasil analisis logam berat Sn dalam sampel, seperti tercantum dalam Tabel 2, analisis logam berat Sn dalam seluruh sampel dibawah limit deteksi alat dan tidak menunjukkan adanya cemaran oleh logam berat Sn sehingga tidak melebihi ambang batas S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 sebesar 40,0 mg/Kg.

Sedangkan untuk logam Seng (Zn) dari data yang diperoleh kandungannya juga tidak melebihi ambang batas S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 sebesar 40,0 mg/Kg. Dan ternyata, tidak terdapat pengaruh penyimpanan antara

toko kelontong dengan Supermarket terhadap konsentrasi Sn dan Zn pada sampel SKM. Untuk logam Timbal (Pb) dalam sampel SKM menurut data yang diperoleh, kandungan logam untuk Sampel KB dan SE adalah melebihi ambang batas S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 yaitu 2,15 mg/Kg dan 0,39 mg/Kg. Hal ini dapat dimungkinkan karena kaleng sebagai wadah SKM telah mengandung logam Pb, dan senyawa-senyawa pembentuk Susu Kental Manis telah tercemar logam berat Pb.

Sedangkan untuk sampel SKM dengan kode KA, KC, SD,dan SF tidak melebihi ambang batas S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 sebesar 0,3 mg/Kg. Tempat penjualan atau tempat penyimpanan baik di toko kelontong maupun supermarket tidak mempengaruhi besar kecilnya kandungan logam baik Sn, Zn dan Pb dalam SKM kemasan kaleng. Dan walaupun kandungan logam Sn, Zn, dan Pb yang terdapat pada sampel SKM kemasan kaleng dalam jumlah tidak melebihi ambang batas (konsentrasi kecil), tetapi dapat menyebabkan racun (konsentrasi besar) apabila mengkonsumsi makanan maupun minuman kemasan kaleng secara terus-menerus.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

1. Tempat penyimpanan sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng baik pada toko Kelontong maupun toko Supermarket ternyata tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap kandungan logam Sn (Timah), Zn (Seng), maupun Pb (Timbal).
2. Kandungan logam Zn dan Pb yang dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom pada sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng kode KA bertutut-turut adalah sebesar 2,1326 mg/Kg; 0,1743 mg/Kg. Sampel KB adalah 2,3717 mg/Kg; 2,156 mg/Kg. Sampel KC adalah 2,8125 mg/Kg; 0,1743 mg/Kg. Sampel SD adalah 2,3045 mg/Kg; 0,3989 mg/Kg. Sampel SE adalah 2,6481 mg/Kg; 0,1743 mg/Kg. Dan Sampel SF adalah 3,5072 mg/Kg; 0,1743 mg/Kg. Sedangkan konsentrasi Sn untuk semua sampel adalah tidak terdeteksi.
3. Analisis Logam Sn, Zn dan Pb menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom pada sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng untuk logam Sn pada kesemua sampel tidak terdeteksi (tidak melebihi ambang batas). Begitu pula dengan kandungan logam Zn untuk semua sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng tidak melebihi ambang batas Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 yaitu baik logam Sn maupun Zn sebesar 40 mg/Kg. Dan untuk logam Pb pada sampel Susu Kental Manis kemasan

kaleng dengan kode KB dan SE memiliki konsentrasi yang melebihi ambang batas yang diperbolehkan menurut S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 yaitu sebesar 0,3 mg/Kg.

6.2 Saran

Perlu dilakukan Penelitian tentang kandungan logam berat dalam sampel Susu dan hasil olahannya yang lain dalam berbagai jenis pengemas dan dengan menggunakan metode yang berbeda. Dan perlu ditingkatkannya sistem *Quality Control* bagi tiap produsen makanan maupun minuman yang menggunkan kemasan kaleng. Serta perlunya ketelitian dan konsumsi yang tidak berlebih (secara terus-menerus) terhadap produk-produk makanan maupun minuman yang menggunakan kemasan kaleng.

DAFTAR PUSTAKA

Anonim, 1994, *Kumpulan Peraturan Perundang-undangan di Bidang Makanan edisi III*, Depkes RI Dirjen POM, Yogyakarta. Hal 317-325.

Anonim, 2003, *Hand Out Pelatihan Instrumental Kimia AAS dan X-RD*, Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Gajah Mada, Jogjakarta.

Anonim, 2006, *Amankan anemia Women Health*, http://portal.cbn.Net.id/cbprtl/cybermed/detail.aspx?x=Health+Woman&y=cybermed%7C0%7C0%7C14%7C721.

Anonim,2007, *American Journal of Clinical Nutrition*, http://www.info-sehat.Com/content.php?s_sid=1012

Astawan, M., 2007, *Jangan Takut Mengonsumsi Mentega dan Margarin*, Departemen Teknologi Pangan dan Gizi IPB, http://www.Kompascybermedia/ berita =040504928.

Aziz. A, 1994, *Analisis Dietil Merkuri Menggunakan Metode Gabungan Kromatografi Gas dan Spektroskopi Serapan Atom*, Skripsi Jurusan Kimia Fakultas MIPA, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.

Cahyadi, W., 2004, *Bahaya Pencemaran Timbal pada Makanan dan Minuman*, Fakultas Teknik Unpas Departemen Farmasi Pascasarjana ITB,www.pikiran-rakyat.com/cetak/0804/19/cakrawala/utama1.htm-19k-

Darmono, 1995, *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*, UI Press, Jakarta. Hal 1.

Deman, J.M., 1997, *Kimia Makanan*, ITB Bandung, hlm. 232,233.

Destrosier, M.N., 1988, *Teknologi Pengawetan Pangan*, UI Press, Jakarta. Hal 232.

Diana, W., 2002, *Perbandingan Metode Destruksi Kering Dan Basah Untuk Penetapan Logam Besi Dan Zink Pada Tepung Terigu*, Departemen Kimia, Institut Pertanian Bogor.

Gusriyanti, 2006, *Analisa Kalsium Dan Fosfor Dalam Dadih*, Fakultas Pertanian Universitas Andalas, Padang. www .pkm. Dikti. net/pkmi _award _2006 /pdf/ pkmi06_036.pdf –

http://id.wikipedia.org/wiki/Baja, GNU Free Documentation License Wikipedia Foundation, Inc. waktu download 13 Mei 2007 pukul 10:16 WIB.

http://id.wikipedia.org/wiki/Susu, GNU Free Documentation License Wikipedia Foundation, Inc. waktu download 6 June 2007 pukul 20:03 WIB.

http://id.wikipedia.org/wiki/Timah, GNU Free Documentation License Wikipedia Foundation, Inc. waktu download 26 mei 2007 pukul 13:03 WIB.

James, C,J. 1999, *Analytical Chemistry Of Foods*, An Aspen Publication, Gaihthersburg, Maryland. Hal 78.

Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik Edisi kedua*, UI Press, Jakarta.

Khozanah, H., 2004, *Penentuan Kandungan Pb dan Cu pada sayuran sawi dengan AAS*, Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Islam Indonesia.

Mustafa, H., 2000, *Teknik Sampling*, Jakarta.

Pecsok, R.L dan shield, L. D., 1976, *Modern Method Of Chemical Analysis*, John Willey and Sons Inc. New York.

Rohman, A., 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar Universitas Islam Indonesia.

Saleh, E., 2004, *Dasar Pengolahan Susu dan Hasil Ikutan Ternak*, Program Studi Produksi Ternak Fakultas Pertanian Universitas Sumatera Utara, http://library.usu.ac.id/modules.php?op=modload&name=Downloads&file=index&req=getit&lid=802, hlm : 1, 2, 10,11**.**

Sandel, E.B., 1959, *Colorimetric Determination Of Trace Of Metal*, 3rd ed, Interscience Publishers Inc, New York.

Setiady, S.A., 1997, *Penentuan Kandungan Tembaga dan Timbal dalam Susu Kental Manis dengan Spektrofotometri Serapan Atom*, Skripsi Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Islam Indonesia.

Sibuea, P., 2000, *Bahaya Kontaminasi Logam Berat Timbal Pada Makanan*, Magister Sains Bidang Teknologi Pangan Universitas Gadjah Mada Yogyakarta,http://www.sedapsekejap.com/artikel/2000/edisi10/files/tekno.htm

Soeparno, 1991, *Prinsip Kimia dan Teknologi Susu*, Pusat Antar Universitas (PAU) Pangan dan Gizi, UGM.

Syahputra, R., 2004, *Modul Pelatihan Instrumentasi AAS*, Laboratorium Instrumentasi terpadu UII. hal 50-56.

Wahyudi, M., 2006, *Hand out Proses Pembuatan dan analisis Mutu Yogurt*, Buletin Teknik Pertanian Vol. 11 No. 1.

Winarno, F.G., 2002, *Kimia Bahan Pangan Dan Gizi*, PT . Gramedia Pustaka Utama. Hlm. 1.

LAMPIRAN

Lampiran 1

Data Optimasi Alat Spektrofotometri Serapan Atom Perkin Elmer tipe 5100 dan Perkin Elmer 3110 Dan Besarnya Energi Dari Tiap Logam

Tabel 5. Kondisi Optimum Peralatan Spektroskopi Serapan Atom merk Perkin Elmer tipe 5100 untuk logam Pb dan Zn, Serta Perkin Elmer tipe 3110 untuk logam Sn

No	Parameter	Satuan	Sn	Zn	Pb
1	Panjang gelombang	nm	224,6	213,9	283,3
2	Laju alir Asetilen	L/menit	4,0	2,0	2,0
3	Laju alir Udara	L/menit	6,0	10,0	10,0
4	Kuat arus HCL	µA	15,0	10,0	10,0
5	Lebar Celah	nm	0,2	0,7	0,7
6	Tinggi Burner	mm	4,0	2,0	2,0

Besarnya energi Logam :

1. Sn = E = h . $\frac{C}{ג}$

= 6,623. 10^{-23} J/s . $\frac{3.10^{8} \text{ m/s}}{224,6 . 10^{-9} \text{ m}}$

=8,84639 . 10^{-8} Joule

2. Zn = E = h . $\frac{C}{ג}$

= 6,623. 10^{-23} J/s . $\frac{3.10^{8} \text{ m/s}}{213,9 . 10^{-9} \text{ m}}$

= 9,2889 . 10^{-8} Joule

3. Pb = E = h . $\frac{C}{ג}$

= 6,623. 10^{-23} J/s . $\frac{3.10^{8} \text{ m/s}}{283,3 . 10^{-9} \text{ m}}$

= 7,0134 .10^{-8} Joule

Lampiran 2

Data Pembuatan Larutan Standar

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

- Larutan 1000 ppm ⟶ 100 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

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

  $V_1 = \frac{1000}{1000} = 1 \text{ ml}$

  1 ml diencerkan dengan aquadest hingga 10 ml

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

- Konsentrasi 10,0 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

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

  $V_1 = 1 \text{ ml}$

- Konsentrasi 20,0 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

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

  $V_1 = 2 \text{ ml}$

- Konsentrasi 30,0 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 100 ppm = 10 ml . 30 ppm

  V_1 = 3 ml

- Konsentrasi 40,0 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 100 ppm = 10 ml . 40 ppm

  V_1 = 4 ml

- Konsentrasi 50,0 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 100 ppm = 10 ml . 50 ppm

  V_1 = 5 ml

2) Larutan Standar Zn dibuat dengan variasi konsentrasi 0,00 ppm; 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,6 ppm; 0,8 ppm; dan 1 ppm

- Larutan 1000 ppm ——► 10 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 1000 ppm = 10 ml . 10 ppm

  $V_1 = \frac{100}{1000} = 0{,}1$ ml

  0,1 diencerkan dengan aquadest hingga 10 ml

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

- Konsentrasi 0,2 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 10 ppm = 10 ml . 0,2 ppm

  V_1 = 0,2 ml

- Konsentrasi 0,4 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 10 ppm = 10 ml . 0,4 ppm

  V_1 = 0,4 ml

- Konsentrasi 0,6 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 10 ppm = 10 ml . 0,6 ppm

  V_1 = 0,6 ml

- Konsentrasi 0,8 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 10 ppm = 10 ml . 0,8 ppm

  V_1 = 0,8 ml

- Konsentrasi 1 ppm dalam labu 10 ml

$V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

V_1 . 10 ppm = 10 ml . 1 ppm

V_1 = 1,0 ml

3) Larutan Standar Pb dibuat dengan variasi konsentrasi 0,00 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 2 ppm; 3 ppm; dan 4 ppm

- Larutan 1000 ppm ⟶ 10 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

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

  $V_1 = \frac{100}{1000} = 0{,}1 \text{ml}$

  0,1 diencerkan dengan aquadest hingga 10 ml

- Konsentrasi 0,00 ppm merupakan blanko yaitu larutan Aquabidest dalam 10 mL.

- Konsentrasi 0,5 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

  V_1 . 10 ppm = 10 ml . 0,5 ppm

  V_1 = 0,5 ml

- Konsentrasi 1,0 ppm dalam labu 10 ml

  $V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

V_1 . 10 ppm = 10 ml . 1 ppm

V_1 = 1 ml

- Konsentrasi 2,0 ppm dalam labu 10 ml

$V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

V_1 . 10 ppm = 10 ml . 2 ppm

V_1 = 2 ml

- Konsentrasi 3,0 ppm dalam labu 10 ml

$V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

V_1 . 10 ppm = 10 ml . 3 ppm

V_1 = 3 ml

- Konsentrasi 4,0 ppm dalam labu 10 ml

$V_1 . M_1 = V_2 . M_2$

V_1 . 10 ppm = 10 ml . 4 ppm

V_1 = 4 ml

Hasil Pengukuran Larutan Standar

1) Data absorbansi dan kurva kalibrasi dari pengukuran larutan standar Sn

Tabel 6. Data absorbansi larutan standar Sn

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi

0	0,0000
10	0,0085
20	0,0156
30	0,0240
40	0,0303
50	0,0390

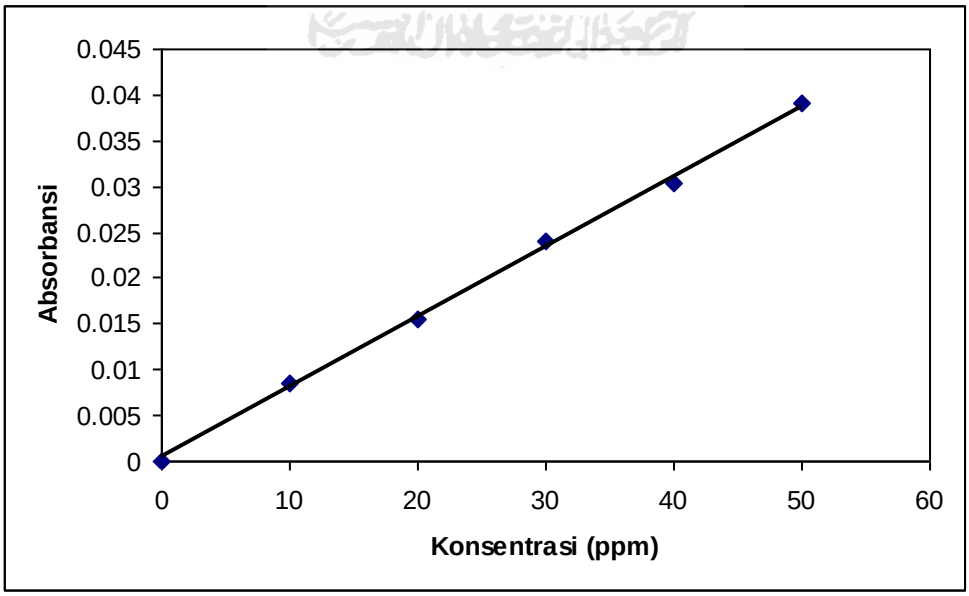
a (intersep) = 0,000367

b (slope) = 0,000768

r (koefisien korelasi) = 0,999332

Sehingga Y = bX +a

Y = 0,000768 X + 0,000367



Gambar 1. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Sn

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

Tabel 7. Data absorbansi larutan standar Zn

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0,0000
0,20	0,0140
0,40	0,0270
0,60	0,0394
0,80	0,0527
1	0,0680

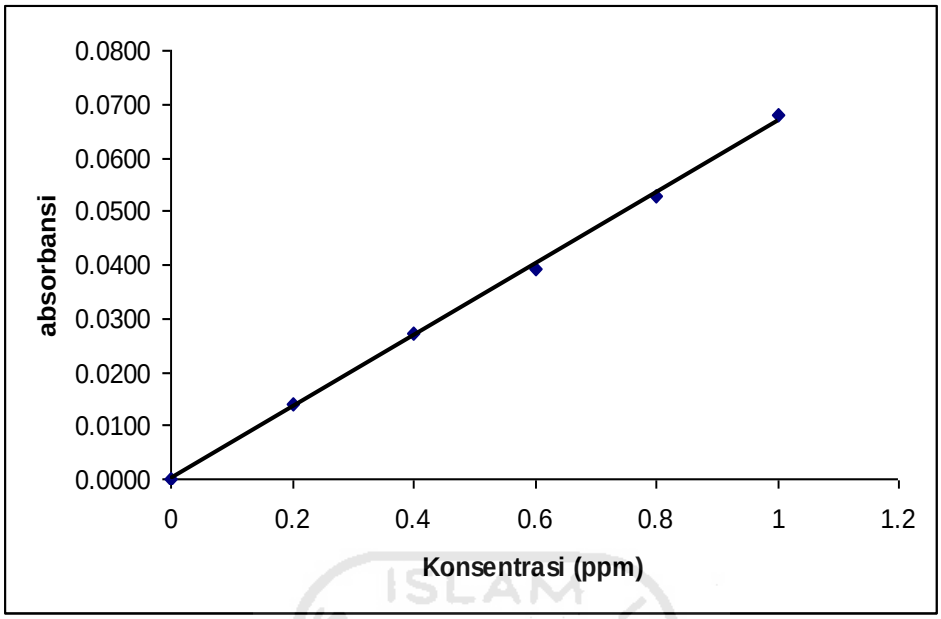
a (intersep) = $5{,}238.10^{-5}$

b (slope) = 0,06692

r (koefisien korelasi) = 0,99954

Sehingga Y = bX +a

Y = $0{,}06692x + 5{,}238.10^{-5}$



Gambar 2. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Zn

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

Tabel 8. Data absorbansi larutan standar Pb

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0	0,0000
0,5	0,0010
1	0,0022
2	0,0042
3	0,0066
4	0,0089

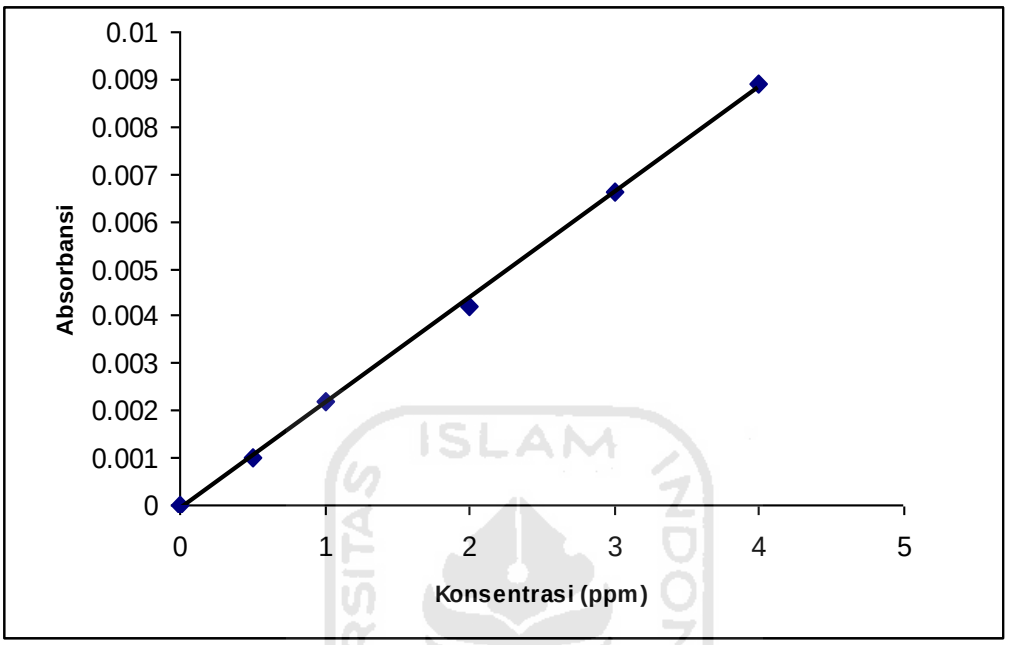
a (intersep) = $-7{,}754.10^{-5}$

b (slope) = 0,00222526

r (koefisien korelasi) = 0,99961

Sehingga Y = bX +a

$$Y = 0{,}00222526x + (-7{,}754.10^{-5})$$



Gambar 3. Grafik kurva kalibrasi larutan standar Pb

Lampiran 3

Tabel 9. Hasil uji logam Sn

No	Sampel	Logam	Absorbansi	Konsentrasi (mg/Kg)
1	KA 1	Sn	0.0000	
2	KA 2	Sn	0.0005	
3	KA 3	Sn	0.0002	
	mean		**0.00023**	**ttd**
1	KB 1	Sn	0.0000	
2	KB 2	Sn	0.0006	
3	KB 3	Sn	0.0000	
	mean		**0.0002**	**ttd**
1	KC 1	Sn	0.0000	
2	KC 2	Sn	0.0006	
3	KC 3	Sn	0.0005	
	mean		**0.00036**	**ttd**
1	SD 1	Sn	0.0000	
2	SD 2	Sn	0.0011	
3	SD 3	Sn	0.0000	
	mean		**0.00036**	**ttd**
1	SF 1	Sn	0.0000	
2	SF 2	Sn	0.0000	
3	SF 3	Sn	0.0010	
	mean		**0.00033**	**ttd**
1	SE1	Sn	0.0000	
2	SE2	Sn	0.0009	
3	SE3	Sn	0.0000	
	mean		**0.00030**	**ttd**

Keterangan : ttd (tidak terdeteksi)

Tabel 10. Hasil uji logam Zn

No	Sampel	Logam	Absorbansi	Konsentrasi (mg/Kg)
1	KA 1	Zn	0.0291	
2	KA 2	Zn	0.0288	
3	KA 3	Zn	0.0278	
	mean		**0.0286**	**2,1326 ± 0,0102**
1	KB 1	Zn	0.0322	
2	KB 2	Zn	0.0315	
3	KB 3	Zn	0.0317	
	mean		**0.0318**	**0,4743 ± 0,0053**
1	KC 1	Zn	0.0366	
2	KC 2	Zn	0.0391	
3	KC 3	Zn	0.0373	
	mean		**0.0377**	**2,8125 ± 0,0192**
1	SD 1	Zn	0.0307	
2	SD 2	Zn	0.0300	
3	SD 3	Zn	0.0319	
	mean		**0.0309**	**2,3045 ± 0,0143**
1	SF 1	Zn	0.0293	
2	SF 2	Zn	0.0307	
3	SF 3	Zn	0.0466	
	mean		**0.0355**	**2,6481 ± 0,1437**
1	SE 1	Zn	0.0454	
2	SE 2	Zn	0.0478	
3	SE 3	Zn	0.0478	
	mean		**0.0470**	**3,5072 ± 0,0207**

Tabel 11. Hasil uji logam Pb

No	Sampel	Logam	Absorbansi	Konsentrasi (mg/Kg)
1	KA 1	Pb	0.0000	
2	KA 2	Pb	0.0000	
3	KA 3	Pb	0.0000	
	mean		**0.0000**	**ttd**
1	KB 1	Pb	0.0012	
2	KB 2	Pb	0.0006	
3	KB 3	Pb	0.0010	
	mean		**0.0009**	**2,1560 ± 0,138849**
1	KC 1	Pb	0.0000	
2	KC 2	Pb	0.0000	
3	KC 3	Pb	0.0000	
	mean		**0.0000**	**ttd**
1	SD 1	Pb	0.0000	
2	SD 2	Pb	0.0002	
3	SD 3	Pb	0.0001	
	mean		**0.0001**	**0,3980 ± 0,107177**
1	SF 1	Pb	0.0000	
2	SF 2	Pb	0.0000	
3	SF 3	Pb	0.0000	
	mean		**0.0000**	**ttd**
1	SE1	Pb	0.0000	
2	SE2	Pb	0.0000	
3	SE3	Pb	0.0000	
	mean		**0.0000**	**ttd**

Keterangan : ttd(tidak terdeteksi)

Data Hasil Uji Logam Sn, Zn, dan Pb

Tabel 10. Hasil Uji Logam Sn, Zn, dan Pb dalam sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng

Sampel	Parameter	Abs	Konsentrasi (mg/Kg)	Kadar max menurut BPOM (mg/Kg)
K A	Sn	0,00023	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0286	2,1326 ± 0,0253	40,0
	Pb	0,0000	ttd	0,3
K B	Sn	0,0002	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0318	0,4743 ± 0,0131	40,0
	Pb	0,0009	2,1560 ± 0,3445	0,3
K C	Sn	0,00036	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0377	2,8125 ± 0,0476	40,0
	Pb	0,0000	ttd	0,3
S D	Sn	0,00036	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0309	2,3045 ± 0,0355	40,0
	Pb	0,0001	0,3980 ± 0,2658	0,3
S E	Sn	0,0033	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0355	2,6481 ± 0,3567	40,0
	Pb	0,0000	ttd	0,3
S F	Sn	0,0030	ttd	40,0 (250,0*)
	Zn	0,0470	3,5072 ± 0,0513	40,0
	Pb	0,0000	ttd	0,3

Keterangan :
KA, KB, KC = Susu Kental Manis Kelontongan masa kadaluarsa Januari, Maret, Mei
SD, SE, SF = Susu Kental Manis Supermarket masa kadaluarsa Januari, Maret, Mei
ttd = Tidak terditeksi
* untuk produk yang dikemas dalam kaleng

Data Hasil Perhitungan Konsentrasi Sampel

1) Perhitungan konsentrasi logam berat Sn dalam sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng

Berat awal sampel :

KA = 10 gr	SD = 10 gr
KB = 10gr	SE = 10 gr
KC= 10 gr	SF= 10 gr

Absorbansi rata-rata (Y) yaitu :

KA = 0,00023	SD = 0,00043
KB = 0,00020	SE = 0,00046
KC= 0,00076	SF = 0,00100

Untuk sampel KA = Y = 0,000768X + 0,000367

0,00023 = 0,000768X + 0,000367

X = -0,8898 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{C \text{ sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0,177951389 \text{ mg/L x } 0,05 \text{ L}}{0,01\text{Kg}}$$

$$= -0,8898 \text{ mg/Kg}$$

Untuk sampel KB = Y = 0,000768X + 0.000367

0,00020 = 0,000768X + 0.000367

X = -0,217013889 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{\text{-0,217013889 mg/L x 0,05 L}}{\text{0,01Kg}}$$

$$= \text{-1,0851 mg/Kg}$$

Untuk sampel KC = Y = 0,000768X + 0.000367

0,00036 = 0,000768X + 0.000367

X = -0,008680556 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{\text{-0,008680556 mg/L x 0,05 L}}{\text{0,01 Kg}}$$

$$= \text{-0.0434 mg/Kg}$$

Untuk sampel SD = Y = 0,000768X + 0.000367

0,00036 = 0,000768X + 0.000367

X = -0,008680556 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{\text{-0,008680556 mg/L x 0,05 L}}{\text{0,01 Kg}}$$

$$= \text{-0.0434 mg/Kg}$$

Untuk sampel SE = Y = 0,000768X + 0.000367

0,00033 = 0,000768X + 0.000367

X = -0,047743056 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0{,}047743056 \text{ mg/L x } 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

$$= -0.0434 \text{ mg/Kg}$$

Untuk sampel SF = Y = 0,000768X + 0.000367

$$0{,}00030 = 0{,}000768X + 0.000367$$

$$X = -0{,}086805556 \text{ mg/L}$$

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{-0{,}086805556 \text{ mg/L x } 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

$$= -0.4340 \text{ mg/Kg}$$

2) Perhitungan konsentrasi logam berat Zn dalam sampel Susu Kental Manis Kemasan Kaleng

Berat awal sampel :

KA = 10 gr	SD = 10 gr
KB = 10gr	SE = 10 gr
KC= 10 gr	SF= 10 gr

Absorbansi rata-rata (Y) yaitu :

KA = 0,0286	SD = 0,0309
KB = 0,0318	SE = 0,0355
KC= 0,0377	SF = 0,0470

- Untuk sampel KA = Y = 0,066928571X + 0,000052381

$$0,0286 = 0,066928571X + 0,000052381$$

$$X = 0,426538 \text{ mg/L}$$

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

$$= \frac{0,426538 \text{ mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ Kg}}$$

$$= 2,132693 \text{ mg/Kg}$$

- Untuk sampel KB = Y = 0,066928571X + 0,000052381

$$0,0318 = 0,066928571X + 0,000052381$$

$$X = 0,474351 \text{mg/L}$$

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,474351 \text{mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ Kg}}$$

$$= 2,371754 \text{ mg/Kg}$$

- Untuk sampel KC = Y = 0,066928571X + 0,000052381

$$0,0377 = 0,066928571X + 0,000052381$$

$$X = 0,562504 \text{ mg/L}$$

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0,562504 \text{mg/L} \times 0,05 \text{ L}}{0,01 \text{ Kg}}$$

$$= 2,812522 \text{ mg/Kg}$$

- Untuk sampel SD = Y = 0,066928571X + 0,000052381

0,0309 = 0,066928571X + 0,000052381

X = 0,460904 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}460904 \text{ mg/L} \times 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

= 2,304518 mg/Kg

- Untuk sampel SE = Y = 0,066928571X + 0,000052381

0,0355 = 0,066928571X + 0,000052381

X = 0,529634 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}529634 \text{ mg/L} \times 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

= 2,648168 mg/Kg

- Untuk sampel SF= Y = 0,066928571X + 0,000052381

0,0470 = 0,066928571X + 0,000052381

X = 0,701459 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}701459 \text{mg/L} \times 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

= 3,507293 mg/Kg

3) Perhitungan konsentrasi logam berat Pb dalam sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng.

Berat awal sampel :

KA = 10 gr	SD = 10 gr
KB = 10gr	SE = 10 gr
KC= 10 gr	SF= 10 gr

Absorbansi rata-rata (Y) yaitu :

KA = 0,0000	SD = 0,0001
KB = 0,0009	SE = 0,0000
KC= 0,0000	SF = 0,0000

- Untuk sampel KA = Y = 0,00222526X + (-0,00007754)

0,0000 = 0,00222526X + (-0,00007754)

X = 0,034847 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{C \text{ sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}034847 \text{ mg/L x } 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

= 0,174235 mg/Kg

- Untuk sampel KB = Y = 0,00222526X + (-0,00007754)

0,0009 = 0,00222526X + (-0,00007754)

X = 0,431294 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}431294 \text{ mg/L x } 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

$$= 2{,}156 \text{ mg/Kg}$$

- Untuk sampel KC = Y = 0,00222526X + (-0,00007754)

$$0{,}0000 = 0{,}00222526X + (-0{,}00007754)$$

$$X = 0{,}034847 \text{ mg/L}$$

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}034847 \text{ mg/L x } 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

$$= 0{,}174235 \text{ mg/Kg}$$

- Untuk sampel SD = Y = 0,00222526X + (-0,00007754)

$$0{,}0001 = 0{,}00222526X + (-0{,}00007754)$$

$$X = 0{,}079786 \text{ mg/L}$$

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}079786 \text{ mg/L x } 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

$$= 0{,}398928 \text{ mg/Kg}$$

- Untuk sampel SE = Y = 0,00222526X + (-0,00007754)

$$0{,}0000 = 0{,}00222526X + (-0{,}00007754)$$

X = 0,034847 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}034847 \text{ mg/L} \times 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

= 0,174235 mg/Kg

- Untuk sampel SF = Y = 0,00222526X + (-0,00007754)

0,0000 = 0,00222526X + (-0,00007754)

X = 0,034847 mg/L

$$C_{sebenarnya} = \frac{\text{C sampel x Volume preparat x Faktor pengenceran}}{\text{Berat Sampel}}$$

$$= \frac{0{,}034847 \text{ mg/L} \times 0{,}05 \text{ L}}{0{,}01 \text{ Kg}}$$

= 0,174235 mg/Kg