

BAB III  
METODE PENELITIAN

3.1. Tujuan Penelitian

- a. Menentukan konsentrasi logam-logam Pb, Sn dan Zn dalam ikan kaleng merek BT pada berbagai tanggal daluarsa.
- b. Menganalisa korelasi antara konsentrasi logam-logam Pb, Sn dan Zn dengan tanggal daluarsa ikan kaleng.
- c. Mendapatkan batas waktu ikan berada dalam kaleng yang layak dikonsumsi manusia.

3.2. Alat-Alat

- a. Hitachi Polarized Zeeman Atomic Absorption Spectrophotometri AA-782
- b. Labu Kjeldahl yang terbuat dari borosilikat glass 100 ml dan 250 ml
- c. Labu takar
- d. Beaker Glass
- e. Gelas Ukur
- f. Pipet Ukur
- g. Respirator
- h. Corong gelas
- i. Erlenmeyer
- j. Botol kecil

3.3. Bahan-bahan

### 3.3. Bahan-bahan

1. Ikan kaleng Sardines merek "BT" yang dijual bebas dan stok lama yang telah daluarsa.

#### *Sifat Ikan Kaleng*

- |                  |                    |
|------------------|--------------------|
| - Kode Sampel    | : A                |
| Keadaan kaleng   | : Baik             |
| Tanggal daluarsa | : 03 Januari 1995  |
| - Kode Sampel    | : B                |
| Keadaan kaleng   | : Baik             |
| Tanggal daluarsa | : 08 Pebruari 1994 |
| - Kode Sampel    | : C                |
| Keadaan kaleng   | : Baik             |
| Tanggal daluarsa | : 08 April 1993    |
| - Kode Sampel    | : D                |
| Keadaan kaleng   | : Baik             |
| Tanggal daluarsa | : 10 April 1992    |
| - Kode Sampel    | : E                |
| Keadaan kaleng   | : Sedikit karatan  |
| Tanggal daluarsa | : 11 April 1991    |
| - Kode Sampel    | : F                |
| Keadaan kaleng   | : Sedikit karatan  |
| Tanggal daluarsa | : 02 April 1990    |

2. Aquadest

3. Aquabidest

4.  $\text{HNO}_3$  Pekat

5.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  Pekat

6.  $\text{H}_2\text{O}_2$  30 % m/v
7. Garam  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
8. Garam  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
9. Garam  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

### 3.4. Destruksi Cuplikan

Sampel ikan kaleng masing-masing diaduk sampai homogen. Campuran homogen ini ditimbang sebanyak 25,00 gram kemudian dimasukkan kedalam labu Kjeldahl. Ke dalam labu Kjeldahl ditambahkan 20 ml campuran larutan  $\text{HNO}_3$  pekat dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dengan perbandingan 3 : 1. Labu ditutup dengan plastik dan didiamkan semalam. Labu dipanaskan diatas kompor listrik dengan penangas pasir pada temperatur  $200^\circ\text{C}$  selama 10 menit, didinginkan, kemudian ditambah 1 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$  30 % tetes demi tetes lalu dipanaskan lagi. Bila pelarutnya hampir kering, ditambah 10 ml larutan pendestruksi dan panaskan kembali. Langkah ini diulang beberapa kali sampai diperoleh larutan jernih. Larutan jernih kemudian diencerkan menjadi 100 ml dengan larutan  $\text{HNO}_3$  0,01 M. Larutan ini siap untuk ditentukan kandungan Pb, Sn dan Zn didalamnya.

### 3.5. Penyediaan Larutan Baku

#### a. Larutan Baku Pb

Larutan induk (Pb) 2000 ppm dibuat dari 1,546 gram  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 500 ml  $\text{HNO}_3$  0,01 M. Larutan induk (Pb) 2000 ppm selanjutnya diencerkan sampai diperoleh beberapa larutan dengan konsentrasi

masing-masing 16,00ppm; 8,00ppm; 4,00ppm; 2,00ppm; 1,00 ppm, dan 0,50 ppm.

b. Larutan Baku Sn

Larutan induk (Sn) 2000 ppm dibuat dari 1,901 gram  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 500ml  $\text{HNO}_3$  0,01 M. Larutan induk (Sn) 2000 ppm selanjutnya diencerkan sampai diperoleh beberapa larutan dengan konsentrasi masing-masing 16,00 ppm; 8,00 ppm; 4,00 ppm; 2,00 ppm; 1,00 ppm, dan 0,50 ppm.

c. Larutan Baku Zn

Larutan induk (Zn) 2000 ppm dibuat dari 4,379 gram  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  dilarutkan dalam 500ml  $\text{HNO}_3$  0,01M. Larutan induk (Pb) 2000 ppm selanjutnya diencerkan sampai diperoleh beberapa larutan dengan konsentrasi masing-masing 8,00 ppm; 4,00ppm; 2,00 ppm; 1,00 ppm; 0,50 ppm dan 0,01ppm.

### 3.6. Analisa Kualitatif

Analisa kualitatif dilakukan dengan cara menentukan absorbansi logam-logam Pb, Sn dan Zn untuk masing-masing sampel. Analisa dinyatakan positif apabila absorbansinya positif.

### 3.7. Analisa Kwantitatif

#### 3.7.1. Kurva Baku

Kurva baku yang dipakai dibuat berdasarkan pengukuran absorbansi larutan yang telah diketahui konsentrasinya (larutan baku) yang selanjutnya digambarkan dalam koordinat kartesius. Untuk memperoleh kurva baku yang baik

dibuat 6 buah larutan baku.

Bila hendak melakukan pengamatan, maka pembacaan harus dilakukan setelah alat dinolkan (*Instrumen Zero*) diatur dengan larutan blanko. Pengamatan absorbansi larutan standar dimulai dari konsentrasi yang paling kecil hingga yang besar. Jika suatu larutan telah diukur maka nyala disemprot dengan aquades, guna mengusir sisa kotoran pada nyala. Pembacaan serapan dilakukan sekurang-kurangnya 3 kali.

a. Pembuatan Kurva Baku Pb

Larutan baku yang telah dibuat pada (3.5.a) diamati serapannya dengan Spektrofotometer serapan atom. Harga serapan dan konsentrasi digambar dalam bentuk koordinat kartesius. Persamaan garis dan koefisien regresinya dihitung dengan menggunakan persamaan *Least Squares*.

b. Pembuatan Kurva Baku Sn

Larutan baku yang telah dibuat pada (3.5.b) diamati serapannya dengan Spektrofotometer serapan atom. Harga serapan dan konsentrasi digambar dalam bentuk koordinat kartesius. Persamaan garis dan koefisien regresinya dihitung dengan menggunakan persamaan *Least Squares*.

c. Pembuatan Kurva Baku Zn

Larutan baku yang telah dibuat pada (3.5.c) diamati serapannya dengan Spektrofotometer serapan atom. Harga serapan dan konsentrasi digambar dalam bentuk koordinat kartesius. Persamaan garis dan koefisien regresinya

dihitung dengan menggunakan persamaan *Least Squares*.

### 3.7.2. Penentuan Konsentrasi logam Pb, Sn dan Zn dalam Sampel

#### a. Penentuan Konsentrasi Pb

Larutan yang dibuat pada (3.4) diamati serapannya dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Hasil serapan tersebut dikonversikan kedalam kurva baku (3.7.1.a) melalui persamaan garis regresi, sehingga diperoleh konsentrasi logam tersebut dalam sampel.

#### b. Penentuan Konsentrasi Sn

Larutan yang dibuat pada (3.4) diamati serapannya dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Hasil serapan tersebut dikonversikan kedalam kurva baku (3.7.1.b) melalui persamaan garis regresi, sehingga diperoleh konsentrasi logam tersebut dalam sampel.

#### c. Penentuan Konsentrasi Zn

Larutan yang dibuat pada (3.4) diamati serapannya dengan Spektrofotometer Serapan Atom. Hasil serapan tersebut dikonversikan kedalam kurva baku (3.7.1.c) melalui persamaan garis regresi, sehingga diperoleh konsentrasi logam tersebut dalam sampel.

### 3.9. Membuat Grafik Konsentrasi logam-logam Pb, Sn dan Zn dengan Tanggal Daluarsa

Grafik dibuat dalam bentuk Histogram (*BAR*).

3.10. Menetapkan umur ikan kaleng yang layak dikonsumsi oleh manusia

Penetapan umur ikan kaleng yang layak dikonsumsi manusia dilakukan dengan cara memplotkan konsentrasi logam logam yang diperoleh dengan batas konsentrasi maksimum yang diijinkan oleh Departemen Kesehatan.

