

DETERMINASI KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM MAKANAN KALENG MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH DAN DESTRUKSI KERING

Diana Candra Dewi.¹

¹Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maliki Malang

ABSTRACT

Lead (Pb) is pollutant found in canned foods. It is derived from the soldering between the can and the lid. This study aims to find out the analytical performance of standar curves, the better method between dry ashing dan wet ashing, the best oxidant solution in wet ashing and determine lead in canned sausage and canned lychee. This research including: Performance determination of the standard addition curve analysis includes linearity, limits of detection and limits of quantitation, sensitivity, accuracy and precision, sample destruction using dry ash 500 °C and wet destruction with a variety of oxidizing substance such as HNO₃ p.a; HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a (3:1), and HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a, H₂O₂ p.a (6:2:1), and determine the concentration of lead in canned sausage and canned lychee

The results of this research of the standard curve analysis of lead (Pb) are $r = 0,9999$, LOD 0,028 ppm, LOQ 0,0933 ppm, and sensitivity of 0,00757 the average accuracy of 98%, and precision 2,74%. Wet ashing is more stabil than dry ashing. The best oxidizing substance of canned sausage comes from HNO₃, H₂SO₄ and H₂O₂ (6:2:1) and lead was found 0,64 ppm while best oxidizing substance of canned lychee comes from HNO₃, H₂SO₄ (3:1) and lead was found 0,72 ppm.

Key words : *lead (Pb), canned food, wet ashing, dry ashing*

ABSTRAK

Timbal (Pb) adalah bahan pencemar yang ditemukan dalam makanan kaleng yang berasal dari patrian antara badan kaleng dengan tutupnya. Pb dalam jumlah kecil tidak berbahaya bagi manusia namun jika jumlahnya melampaui batas dapat menyebabkan keracunan akut maupun kronis. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui performa analitik kurva standar, penentuan zat pengoksidasi terbaik serta menentukan kadar logam Pb dalam sosis dan leci kaleng dengan destruksi kering dan basah. Metode penelitian ini meliputi: Optimasi instrumen Spektrofotometri Serapan Atom, preparasi larutan standar Pb untuk menentukan performansi analitik yaitu linearitas, batas deteksi dan batas kuantitasi, sensitivitas, akurasi serta presisi, preparasi sampel dengan destruksi kering dengan suhu 500 °C, preparasi sampel dengan destruksi basah menggunakan variasi zat pengoksidasi seperti HNO₃ p.a; HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a (3:1); dan HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a, H₂O₂ p.a (6:2:1), dan analisis kadar Pb pada sampel setelah destruksi. Hasil penelitian didapatkan performa analitik untuk kurva standar timbal (Pb) meliputi $r = 0,999$, LOD 0,028, LOQ 0,093 ppm, sensitivitas 0,007, rerata akurasi 98%, dan presisi 2,74%. Hasil analisis Pb dalam makanan kaleng sosis dan leci yang dipreparasi dengan cara destruksi kering tidak memberikan hasil yang stabil. Hasil analisis kadar Pb dalam sosis kaleng adalah 0,64 ppm dengan zat pengoksidasi terbaik campuran HNO₃, H₂SO₄ dan H₂O₂ (6:2:1), sedangkan kadar Pb dalam leci kaleng adalah 0,72 ppm dengan zat pengoksidasi campuran HNO₃, dan H₂SO₄ (3:1).

Kata kunci : *timbal (Pb), makanan kaleng, destruksi basah, destruksi kering*

I. PENDAHULUAN

Makanan maupun minuman dikemas secara khusus 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 (Sn) dan timbal (Pb) dari patrian (Cahyadi, 2004). Pada makanan

yang bersifat asam dan dikalengkan tanpa oksigen, timah menjadi anoda dalam pasangan timah-besi. Timah pada kondisi ini larut dengan laju sangat rendah dan dapat melindungi produk selama dua tahun atau lebih. Sosis dan buah leci kalengan masih dimungkinkan adanya logam pencemar dari hasil patrian antara badan kaleng dengan tutup kaleng yang menggunakan timah (Sn) dan timbal (Pb).

Timbal merupakan logam yang berwarna abu-abu, mempunyai titik didih 1620 °C dan titik leleh 327,5 °C, lunak dan dapat ditempa serta sukar menghantar arus listrik. Biasanya timbal digunakan sebagai logam campuran dalam pematian tutup makanan kemasan kaleng. Dalam jumlah kecil timbal dalam makanan kaleng tidak berbahaya terhadap manusia akan tetapi apabila jumlah timbal dalam keadaan yang melampaui batas maka akan terjadi keracunan baik secara akut maupun kronis. Di Indonesia badan yang menentukan kadar dari masing-masing mikroba dan cemaran adalah BPOM (Badan Pengawas Obat dan makanan) dan SNI (Standar Nasional Indonesia). Adapun batas Timbal (Pb) dalam makanan kaleng yang diperbolehkan menurut badan BPOM Nomor HK.00.06.1.52.4011 dan SNI Nomor 7387:2009 adalah 1,0 mg/kg untuk daging olahan seperti sosis, kornet, bakso dan lain-lain. Susilawati (2009)

Kemasan kaleng termasuk jenis kemasan yang banyak digunakan. Spesifikasi kaleng untuk mengemas pangan ditentukan oleh dua kebutuhan yaitu kebutuhan akan kekuatan yang dimiliki wadah dan daya simpan yang dimiliki oleh produk dalam kaleng. Kebutuhan terhadap daya simpan isi kaleng salah satunya ditentukan oleh sifat korosif produk. Untuk mengemas produk pangan, maka bagian dalam kaleng (sebagaimana halnya bagian luar kaleng) harus bersifat tahan korosi (karat). Pada bagian dalam kaleng, korosi dapat disebabkan oleh kontak langsung antara produk dan permukaan kaleng. Beberapa faktor yang menentukan terjadinya pembentukan karat pada bagian dalam kaleng antara lain sifat bahan pangan, terutama pH (baik dalam kadar asam yang tinggi maupun rendah) sehingga terjadi pembentukan karat seperti nitrat, beberapa bahan belerang, zat warna antosianin; banyaknya sisa oksigen dalam bahan pangan, khususnya pada ruang udara; suhu dan waktu penyimpanan; serta beberapa faktor yang berasal dari bahan kemas, seperti berat lapisan timah, macam

dan komposisi lapisan baja dasar, efektifitas perlakuan pada permukaan lapisan, jenis lapisan dan lain sebagainya (Syamsir, 2008).

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 di dalam kaleng. Mulai dari daging, ikan, sayuran, buah-buahan dan makanan olahan seperti sosis, kornet, bumbu dan lain lain (Winarno,1994).

Kaleng timah (*tin can*) merupakan pengembangan dari penemuan Nicolas Francois Appert pada dasawarsa 1800-an. 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.

Wadah kaleng pada umumnya digunakan untuk berbagai produk yang mengalami proses sterilisasi termal. Pada mulanya wadah kaleng dibuat dari plat timah (*tin plate*) yang terdiri dari lembaran dasar baja timah putih (Sn) panas (*hot dipping*) atau dengan proses elektrolisa. Kemudian berkembang berbagai jenis yang berbeda dengan plat timah standar, seperti misalnya kaleng baja bebas timah. Bentuk dari kemasan kaleng itu sendiri dibedakan menjadi dua jenis yaitu kaleng *two piece cans* dan kaleng *three piece*. *Three piece cans* adalah kaleng yang terdiri dari tiga sambungan yaitu dibagian badan kaleng, di bagian tutup atas kaleng dan sebagian tutup bawah kaleng. Sedangkan *two piece cans* adalah kaleng yang secara keseluruhan hanya memiliki satu sambungan, yaitu di

bagian tutup atas kaleng. Kerusakan produk pangan kaleng terutama disebabkan karena interaksi antara logam dasar pembuat kaleng, yaitu Sn dan Fe yang dapat menyebabkan perubahan yang tidak diinginkan seperti perubahan warna, terjadi *off-flavour*, kehilangan nilai nutrisi, 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 ($\text{pH} > 4,6 - 7$) sehingga terjadi *sulfide stain* atau noda hitam pada produk kaleng. Produk pangan yang memiliki kadar asam semakin rendah, maka pemanasan yang diperlukan semakin ringan. Produk pangan yang diasamkan sampai pH 4.6 atau lebih rendah tidak memerlukan proses panas yang tinggi tetapi pH harus dikontrol dengan benar. Logam Sn dan Fe yang merupakan logam dasar pembuat kemasan kaleng termasuk kedalam golongan logam berat. Jika produk pangan kaleng yang terkontaminasi logam berat masuk kedalam tubuh manusia akan menimbulkan suatu keracunan. Hal ini disebabkan logam berat yang mempunyai kemampuan sebagai *co-faktor* enzim, akibatnya enzim tidak dapat berfungsi sebagaimana biasanya sehingga reaksi metabolisme terhambat. Untuk menghindari itu perlu dilakukan analisis logam berat Pb, Fe dan Sn misalnya dengan menggunakan instrumen seperti SSA (Spektroskopi Serapan Atom) (Tarigan, 2010).

Penentuan mineral dalam bahan pangan harus melalui proses destruksi. 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. Dalam pendestruksian hendaknya memilih zat pengoksidasi yang cocok baik untuk logam maupun jenis makanan yang akan dianalisis. Penentuan mineral dalam bahan pangan harus melalui proses destruksi. Destruksi ada dua yaitu destruksi kering

dan destruksi basah. Dalam preparasi destruksi basah untuk sampel yang berbahan dasar daging masih didapatkan zat pengoksidasi yang berbeda-beda seperti HNO_3 p.a, H_2SO_4 p.a dan H_2O_2 p.a ataupun percampuran diantara ketiganya

Destruksi basah dilakukan dengan cara menguraikan bahan organik dalam larutan oleh asam pengoksidasi pekat dan panas seperti H_2SO_4 , HNO_3 , H_2O_2 dan HClO_4 dengan pemanasan sampai jernih. Mineral anorganik akan tertinggal dan larut dalam larutan asam kuat. Mineral berada dalam bentuk kation logam dan ikatan kimia dengan senyawa organik telah terurai. Larutan selanjutnya disaring dan siap dianalisis dengan SSA. Destruksi kering dilakukan dengan cara sampel yang akan dianalisis dipanaskan pada temperatur lebih dari $500\text{ }^\circ\text{C}$. 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 dan wadah yang terbiat dari silikat. Unsur-unsur dalam sampel dapat teradsorpsi pada permukaan wadah dengan membentuk senyawaan silikat. (Maria, 2010).

II. METODE PENELITIAN

ALAT

Seperangkat instrumen Spektroskopi Serapan Atom (SSA) merek Varian spectra AA 240, Peralatan alat gelas Laboratorium, Neraca analitik merek Kern, *Hot Plate* stirer, Kertas Whatman 42.

BAHAN

Larutan standar Pb E Merck, H_2O_2 p.a, H_2SO_4 p.a, HNO_3 p.a, aquabidest, aquadest dan sosis dan leci kaleng.

CARA KERJA

Pembuatan Kurva Standar

Larutan Standar Pb induk 1000 mg/L dibuat dari larutan dengan merek E-Merck. Larutan Pb 10 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 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 2,5 mL; 5 mL; 10 mL; 15 mL dan 20 mL larutan baku 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan sampai batas.

Sederetan larutan standar Pb dianalisis dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Varian Spectra AA 240 pada kondisi sebagai berikut : alat Spektrofotometer serapan atom Varian Spectra AA 240 meliputi panjang gelombang pada 283,3 nm, Laju alir asetilen pada 2,0 L/menit, Laju alir udara pada 10,0 L/menit, Lebar celah pada 0,5 nm, Kuat arus HCl 10,0 μ A, Tinggi burner 2,0 mm

Setelah didapatkan kurva standar maka dilakukan perhitungan terhadap performa analitik kurva standar yang meliputi linearitas, batas deteksi dan batas kuantitasi, sensitivitas, akurasi serta presisi. Selanjutnya dilakukan preparasi sampel menggunakan destruksi basah dan kering

Preparasi Sampel

Sosis dan leci dioven pada suhu 70 C terlebih dahulu sampai berat kering diperoleh dengan konstan. Cairan sosis dan leci yang terdapat dalam sampel disaring dengan kertas Whatman 42.

Destruksi kering

Sampel sosis kering dan leci kering ditimbang secara kuantitatif sebanyak 1 gr ke dalam krus porcelain ukuran 5 ml. Sebelum ditanur sampel ditetesi dengan zat pengoksidasi yaitu HNO₃ p.a 5 tetes. Selanjutnya sampel dimasukkan dalam tanur yang sudah dipanaskan pada suhu 100 °C selama 30 menit dan tanur dipanaskan hingga suhu 500 °C selama 2 jam. Apabila sampel telah berwarna putih keabu abuan maka tanur dimatikan dan dibiarkan sampai suhu kamar.

Analisis Pb

Sampel dikeluarkan dari tanur dan dilarutkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M menggunakan labu takar 50 ml sampai

tanda batas. Larutan diukur kadar Pb terlarut menggunakan SSA. Dilakukan pengulangan tiga kali.

Destruksi basah

Sampel sosis kering dan leci kering ditimbang secara kuantitatif sebanyak 1 gr dalam gelas beaker ukuran 100 mL lalu ditambahkan dengan 30 mL HNO₃ p.a dan zat pengoksidasi lain (sesuai komposisi). kemudian dipanaskan sampai volume berkurang setengahnya di atas hot plate hal ini dimaksudkan untuk menguapkan sebanyak mungkin zat organik yang ada. Apabila larutan masih berwarna keruh maka ditambahkan HNO₃ p.a dan zat pengoksidasi yang lain (sesuai komposisi).

Adapun zat pendestruksi yang digunakan adalah sebagai berikut:

- HNO₃ p.a
- HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1)
- HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a (6:2:1)

Analisis Pb

Sampel yang telah didestruksi, dipindahkan ke dalam labu takar 50 ml dan diencerkan dengan larutan HNO₃ 0,5 M sampai tanda batas. Larutan diukur kadar Pb terlarut menggunakan SSA. Dilakukan pengulangan tiga kali. Penentuan oksidator terbaik dapat dilihat pada stabilitas larutan.

Analisis Data

Data pembuatan kurva standar dan adisi 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

Untuk mengetahui performa analitik dari metode destruksi basah dengan variasi zat pengoksidasi ini dilakukan analisa statistik yang meliputi hal berikut :

Penentuan Linearitas

Linearitas merupakan daerah (*range*) konsentrasi analit tertentu pada grafik absorbansi terhadap konsentrasi yang memberikan respon linier dimana kenaikan absorbansi berbanding lurus dengan kenaikan konsentrasi (Skoog, 1985).

Respon linear ditunjukkan melalui persamaan garis sebagai berikut:

$$y = bx + a$$

dimana :

b = slope atau kemiringan kurva standar

a = Intersep atau perpotongan terhadap sumbu y

Penentuan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi adalah kuantitas (konsentrasi) terkecil suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi. Pada penelitian ini, konsentrasi yang digunakan adalah 0 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm, 2 ppm, 3 ppm, dan 4 ppm.

Nilai Sy/x dimasukkan dalam persamaan berikut (Miller, 1991):

$$Y_{LOD} = A + 3 SD$$

Keterangan :

SD = Sy/x = Standar Deviasi Kurva standar

A = Intersep Kurva standar

Batas kuantitasi diperoleh dari persamaan (Miller, 1991):

$$LOQ = 10 \times LOD$$

Sensitivitas

Sensitivitas merupakan rasio perubahan sinyal tiap unit perubahan konsentrasi analit. Sensitivitas dapat dinyatakan sebagai *slope* kurva yang diperoleh dengan rentang tertentu. Hal ini sesuai dengan aturan IUPAC, bahwa sensitivitas yang dinyatakan dengan *slope* merupakan sensitivitas kurva. Nilai sensitivitas yang besar menunjukkan

perubahan konsentrasi analit yang kecil dan dapat memberikan respon yang berarti.

Akurasi

Merupakan kemampuan suatu metode analisa untuk memperoleh nilai yang sebenarnya (ketepatan pengukuran). Akurasi diperoleh dengan menghitung persen *recovery*. Persamaan untuk persen *recovery* adalah.:

$$\% \text{ Recovery} = \frac{\text{Hasil Analisis}}{\text{Nilai Sebenarnya}} \times 100\%$$

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi Kurva Kalibrasi

Panjang gelombang yang dipilih adalah 283,3 nm karena panjang gelombang ini merupakan panjang gelombang paling kuat menyerap garis untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi. Apabila atom pada tingkat energi dasar diberi energi yang sesuai maka energi tersebut akan diserap dan atom-atom tersebut akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Pada keadaan tereksitasi, atom tidak stabil sehingga akan kembali ke tingkat energi dasar dengan melepas sejumlah energi dalam bentuk sinar. Maka setiap panjang gelombang mempunyai energi yang spesifik. Timbal mempunyai energi sebesar $7,0134 \cdot 10^{-8}$ Joule, dimana dengan energi tersebut akan menyebabkan atom Pb dalam keadaan dasar (Pb^0) tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi (Pb^*).

Lebar celah dapat mengontrol gangguan spektra tertentu, misalnya garis-garis yang terabsorpsi dari gas pengisi lampu katoda cekung, garis-garis yang tidak teradsorpsi dari logam katoda, dan pita-pita molekul dalam nyala. Pengaturan sinar yang masuk mengurangi gangguan ini, tetapi tidak seluruhnya efektif. Gangguan-gangguan ini dapat dikontrol dengan mengurangi lebar celah. Lebar celah yang sensitif sekitar 10 μm yang dapat menghasilkan setengah lebar intensitas dari garis yang dipancarkan oleh lampu katoda cekung melalui pita molekul. Pada

penelitian ini kondisi optimum lebar celah adalah 0,5 nm (merujuk pada ketetapan panjang gelombang) dimana lebar celah logam timbal (Pb) memiliki ukuran lebih kecil dari 10 μm , ini menunjukkan bahwa ukuran lebar celah lebih kecil, sehingga lebar celah lebih efektif untuk mengurangi adanya gangguan spectra. Semakin kecil lebar celah yang dilakukan akan memperkecil gangguan spektranya.

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

Bagian katoda yang berbentuk cekung dilapisi logam yang sesuai dengan logam yang akan di analisis. Anoda diberi tegangan sehingga bila sejumlah kecil arus yang besarnya beberapa mA diberikan di antara katoda dan anoda akan mengakibatkan gas argon yang ada di dalam tabung akan mengalami ionisasi, akibatnya ion gas argon tersebut akan tertarik ke arah katoda (yang bermuatan negatif) dengan kecepatan yang sangat tinggi dan terjadi tumbukan yang mengakibatkan tereksitasinya atom-atom logam yang bersangkutan. Dalam hal ini berlaku hukum emisi atom yang menyatakan bila atom mempunyai kelebihan tenaga maka akan melepaskan kembali tenaga yang berupa sinar panjang gelombang yang karakteristik. Dengan demikian sinar dari lampu katoda cekung ini mempunyai spectrum yang spesifik sesuai dengan panjang gelombangnya yaitu 283,3 nm dengan kuat arus 10,0 μA .

Kuat arus lampu katoda cekung yang dianjurkan tergantung pada unsur yang akan di analisis dan bervariasi. Pemakaian kuat arus di usahakan seoptimal mungkin, karena pemberian kuat arus yang terlalu rendah akan menyebabkan intensitas lampu menjadi terlalu rendah sehingga

energi yang diberikan juga rendah (Underwood, 2002).

Efisiensi lampu katoda cekung bergantung pada bentuk geometri dari katodanya dan besarnya tegangan atau arus yang diberikan. Peningkatan pemberian arus pada lampu katoda, pada umumnya akan meningkatkan intensitasnya, tetapi akan mengurangi umur dari lampu tersebut. Walaupun demikian peningkatan intensitas ini ada batasnya, karena hal sebaliknya mungkin saja terjadi, yaitu pemberian arus yang terlalu tinggi akan mengakibatkan terjadinya peningkatan jumlah atom-atom yang tidak tereksitasi dalam awan atom dan menyerap emisi yang dipancarkan sehingga dapat terjadi apa yang disebut penyerapan diri dan hal ini dapat mengurangi intensitas (Underwood, 2002)

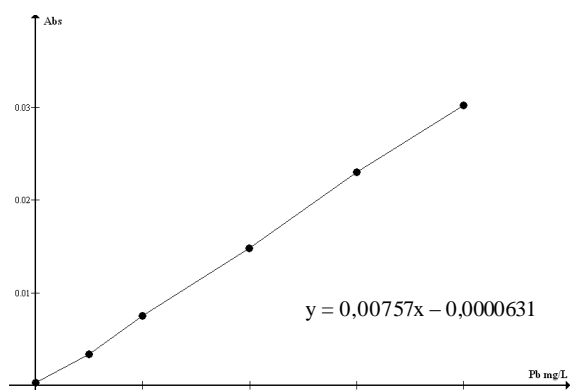
Laju alir asetilen-udara yang digunakan sebagai bahan pembakar dan oksida untuk logam Pb adalah 2,0 L/menit dan 10,0 L/menit. Asetilen-udara berfungsi membawa sampel dalam bentuk larutan agar masuk ke dalam sistem pengkabutan yang akan mengubah sampel larutan menjadi aerosol halus (uap) yang siap masuk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

Atom-atom dalam nyala tidak merata distribusinya karena di dalam nyala terdapat beberapa daerah panas. Untuk mengatasi hal ini maka dilakukan optimasi pada tinggi burner (Aziz, 1997).

Kurva standar 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). Larutan standar Pb dibuat dari larutan stok Pb E-Merck 1000 ppm, dimana larutan standar ini diencerkan menjadi 10 ppm kemudian diencerkan lagi menjadi deretan larutan standar yaitu 0,5; 1; 2; 3 dan 4 ppm. Pengenceran dilakukan dengan HNO_3 0,5M karena matriks dalam larutan standar harus sama dengan matriks dalam sampel. 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 Pengukuran absorbansi larutan standar menggunakan alat nyala SSA. Kurva kalibrasi larutan standar logam Pb dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Grafik kurva standar timbal (Pb)

Validasi metode analitik untuk kurva standar timbal (pb) adalah sebagai berikut:

- Linearitas dari kurva standar timbal (Pb) adalah 0,9999, artinya $\pm 99\%$ perubahan absorbans dipengaruhi oleh perubahan konsentrasi timbal (Pb), sedangkan $\pm 1\%$ dipengaruhi faktor lain.
- Batas terkecil dari suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi

oleh kurva standar Pb berdasarkan perhitungan pada lampiran adalah LOD = 0,028 ppm dan LOQ = 0,0933 ppm

- Sensitivitas dari kurva standar Pb adalah 0,00757. Nilai ini menunjukkan bahwa tiap satu satuan perubahan konsentrasi akan menghasilkan perubahan absorbansi sebesar 0,00757
- Akurasi dari kurva standar timbal (Pb) yang dinyatakan dalam % *recovery* adalah 91,4% untuk 0,5 ppm; 99,9% untuk 1 ppm; 98% untuk 2 ppm; 101,3 % untuk 3 ppm dan 99,75% untuk 4 ppm. Priyambodo (2011) menyatakan persyaratan dari akurasi adalah persen *recovery* berada pada range 98-102%.
- Presisi 2,74%. Karena nilai koefisien variasi dari kurva baku timbal (Pb) dibawah 5% maka dapat dinyatakan bahwa presisi kurva baku adalah sensitif untuk menganalisa logam timbal (Pb).

Preparasi Sampel

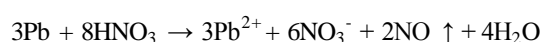
Preparasi Sampel dengan destruksi basah

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 harus di destruksi terlebih dahulu. Ada dua prosedur yang umum digunakan untuk mendestruksi bahan-bahan organik dalam cuplikan yaitu dengan oksidasi basah (*wet oxidation*) dan pengabuan kering (*dry*

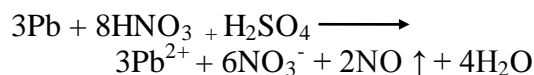
ashing). Fungsi dari destruksi adalah untuk memutus ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Dalam penelitian ini digunakan destruksi basah karena pada umumnya destruksi basah dapat dipakai untuk menentukan unsur-unsur dengan konsentrasi yang rendah. Agar unsur-unsur tersebut tidak saling mengganggu dalam analisis, maka salah satu unsur harus di hilangkan, dengan adanya proses destruksi tersebut diharapkan yang tertinggal hanya logam-logamnya saja. Selain itu pada destruksi kering sering terjadi kehilangan unsur-unsur mikro tertentu karena suhu pemanasan yang tinggi. Di samping itu, dapat juga terjadi reaksi antara unsur dengan bahan wadah. Destruksi kering material yang berisi unsur yang rendah ditempatkan dalam wadah silika atau porselin. Unsur-unsur dalam jumlah yang cukup besar akan teradsorpsi pada permukaan wadah dengan membentuk suatu silika yang tidak dapat dihancurkan seluruhnya oleh asam. Penggunaan destruksi basah juga merujuk pada penelitian sebelumnya yaitu untuk sampel yang berbahan dasar daging maka digunakan pendestruksian basah dalam preparasinya sebelum dianalisa menggunakan SSA. Dalam preparasi destruksi basah untuk sampel yang berbahan dasar daging masih didapatkan zat pengoksidasi yang berbeda-beda seperti HNO₃ p.a, H₂SO₄ p.a dan H₂O₂ p.a ataupun percampuran diantara ketiganya.

Pada penelitian kali ini, zat pengoksidasi yang utama adalah HNO₃, hal ini dikarenakan sifat Timbal (Pb) yang dapat larut dalam HNO₃. Adapun reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:

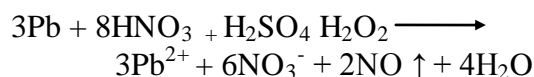


Adanya tambahan asam lain seperti H₂SO₄ dan H₂O₂ adalah sebagai katalis untuk mempercepat reaksi terputusnya timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada didalam sampel sosis sapi dan leci kaleng. Jenis katalis yang digunakan disini adalah katalis yang mempengaruhi lingkungan

sehingga katalis ini tidak ikut bereaksi. Adapun reaksi yang terjadi pada larutan sampel ketika penambahan H₂SO₄ dan H₂O₂. Reaksi untuk oksidator HNO₃ dan H₂SO₄:



Reaksi untuk oksidator HNO₃; H₂SO₄ dan H₂O₂



Pada proses berikutnya dilakukan pemanasan untuk menyempurnakan destruksi . Pemanasan memberikan energi yang memungkinkan untuk memutus ikatan kimia sehingga logam Pb terbebas dari sampel sosis dan leci yang banyak disusun oleh senyawaan golongan polimer. Hasil destruksi selanjutnya dianalisa menggunakan SSA dengan metode kurva baku untuk kesemua oksidator tersebut sehingga kita bisa membandingkan hasil pembacaan suatu kurva terhadap ketiga oksidator tersebut ditinjau dari kestabilan data. Selanjutnya diencerkan dengan menggunakan HNO₃ 0,5 M. Pengenceran menggunakan HNO₃ 0,5 M karena kondisi yang ideal untuk suatu analisis menggunakan metode nyala SSA adalah larutan sampel yang dianalisis harus memenuhi ketentuan bahwa larutan sampel harus berada dalam matrik yang identik dengan larutan standar (Rohman, 2007).

Destruksi basah dilakukan dengan cara menguraikan bahan organik dalam larutan oleh asam pengoksidasi pekat dan panas seperti H₂SO₄, HNO₃, dan H₂O₂ dengan pemanasan sampai volume larutan berkurang sekitar setengahnya. Mineral anorganik akan tertinggal dan larut dalam larutan asam kuat. Mineral berada dalam bentuk kation logam dan ikatan kimia dengan senyawa organik telah terurai. Larutan selanjutnya disaring dan siap dianalisis dengan SSA.

Penentuan oksidator terbaik dilihat dari kestabilan data. Dilakukannya pengukuran kestabilan karena pada umumnya senyawa organik yang terdapat dalam sosis sapi adalah protein dan lemak sedangkan dalam sampel leci adalah karbohidrat. Untuk memecah ikatan kovalen antara karbohidrat, protein dan lemak dengan logam timbal (Pb) harus dilakukan pendestruksian yang tepat dengan zat oksidasi yang mampu menjernihkan larutan dan mampu mempertahankan kestabilan logam timbal (Pb) karena tidak dipungkiri adanya senyawa yang tidak larut dalam asam nitrat pekat saja. Walaupun sifat polimer seperti karbohidrat dan protein itu sendiri dapat terdenaturasi oleh asam ataupun pemanasan, namun tidak menutup kemungkinan senyawa organik lain untuk mengikat kembali logam timbal (Pb) tersebut mengingat struktur yang sangat kompleks pada sampel.

Metode pengabuan basah untuk penentuan unsur-unsur mineral di dalam bahan makanan dilakukan dengan variasi zat pengoksidasi :

1. Pengabuan menggunakan HNO_3 (p),
2. Pengabuan menggunakan HNO_3 (p), H_2SO_4 (p)
3. Pengabuan menggunakan HNO_3 (p), H_2SO_4 (p) dan H_2O_2 (p)

Berikut data destruksi sampel sosis dan leci dengan berbagai zat pendestruksi :

Tabel 1. Destruksi sosis dan leci pada berbagai zat pendestruksi

No	Sampel	Zat Pendestruksi		
		HNO_3	$\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$	$\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$
1	Sosis Kaleng	Ada gumpalan	Larutan keruh	Larutan jernih
2	Cairan Sosis	Larutan jernih	-	-
3	Leci Kaleng	Larutan keruh	Larutan jernih	-
4	Cairan Leci	Larutan jernih	-	-

Dari Tabel 1 diketahui bahwa Sosis membutuhkan zat pendestruksi yang lebih kuat yaitu campuran dari $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$ (6:2:1) untuk mencapai destruksi yang sempurna yang ditandai dengan hancurnya seluruh matriks sampel membentuk larutan yang jernih. Sosis merupakan sampel yang kaya akan protein suatu polimer asam amino dengan berat molekul yang sangat besar sehingga perlu zat pendestruksi yang kuat. Zat pendestruksi campuran $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ atau HNO_3 saja tidak cukup kuat untuk merusak matriks sampel sehingga masih timbul warna keruh yang kemungkinan adalah protein yang belum larut bahkan gumpalan.

Sampel Leci cukup didestruksi dengan campuran $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ (3:1) dan sudah diperoleh larutan yang jernih. Leci merupakan sampel yang kaya karbohidrat baik monosakarida (fruktosa), disakarida (sukrosa) maupun polisakarida (serat) sedangkan proteinnya hanya sedikit. Polimer sakarida cukup didestruksi dengan campuran $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{SO}_4$ tidak memerlukan H_2O_2 , namun penggunaan HNO_3 masih kurang kuat sebagai zat pendestruksi. Cairan dalam makanan kaleng baik sosis maupun leci cukup didestruksi dengan HNO_3 karena pada matriks cairan tidak banyak terdapat polimer golongan protein maupun karbohidrat sehingga dapat larut sempurna dan tampak jernih.

Penambahan H_2O_2 mampu mempertahankan kestabilan logam timbal (Pb) dalam sampel sosis sapi. Hal ini dikarenakan sosis sapi kaya akan protein dan lemak sehingga ketika penambahan H_2O_2 ikatan antara timbal (Pb) dengan senyawa organik dalam sosis sapi terputus sehingga ketika hari ke-10 kadar timbal (Pb) tidak terus menurun tetapi meningkat karena logam timbal (Pb) sudah tidak diikat kembali oleh senyawa organik yang ada namun air dalam sampel sudah menguap sehingga mengakibatkan kadar logam timbal (Pb) meningkat.

Dari campuran antara asam-asam yang digunakan dalam pendestruksian sampel maka didapatkan bahwa campuran

antara HNO_3 , H_2SO_4 dan H_2O_2 atau biasanya disebut dengan larutan piranha lebih kuat dalam mendestruksi logam daripada campuran dari dua larutan asam yakni HNO_3 dan H_2SO_4 atau biasa disebut dengan akuaregia. Hal ini dikarenakan kekuatan asam (khususnya kalau mengikuti definisi asam bronsted) ditentukan berdasarkan tingkat ionisasi molekul asam tersebut untuk melepaskan proton. Secara kuantitatif hal ini dinyatakan dalam ukuran K_a atau pK_a (Mulyono, 2005).

Preparasi Sampel dengan destruksi Kering

Sampel sosis maupun leci juga dipreparasi dengan cara destruksi kering. Sampel diabukan dalam suhu tanur 500 C sampai menjadi abu dengan waktu 2 jam. Sampel sosis yang berwarna kecoklatan dan leci yang berwarna putih menjadi serbuk berwarna putih keabu abuan. Warna putih keabu abuan merupakan zat anorganik yang tidak menguap termasuk mineral. Tujuan dari pengabuan adalah agar mineral yang terdapat didalam sampel sosis dan leci dapat terlepas dari matriks senyawa besar seperti protein, lemak dan karbohidrat.

Metode destruksi kering menggunakan temperatur $> 500^\circ\text{C}$ untuk mendestruksi dan menguapkan senyawa organik dari C, H, O dan N menjadi gas gas seperti CO_2 , CO , NO , NO_2 , H_2O , dan sebagainya. Keuntungan metode ini adalah sederhana dan terhindar dari pengotor seperti dalam metode destruksi basah, namun dapat terjadi kehilangan unsur-unsur mikro tertentu. Di samping itu, dapat juga terjadi reaksi antara unsur dengan bahan wadah. Destruksi kering material yang berisi unsur yang rendah ditempatkan dalam wadah silika atau porselin.

Analisis Pb dalam sampel menggunakan destruksi kering

Sampel sosis maupun leci diabukan dalam suhu tanur 500 C sampai menjadi abu dengan waktu 2 jam. Tujuan dari pengabuan adalah agar mineral yang terdapat didalam sampel sosis dan leci

dapat terlepas dari matriks senyawa besar seperti protein, lemak dan karbohidrat. Metode destruksi kering menggunakan temperatur $> 500^\circ\text{C}$ untuk mendestruksi dan menguapkan senyawa organik dari C, H, O dan N menjadi gas gas seperti CO_2 , CO , NO , NO_2 , H_2O , dan sebagainya. Abu yang diperoleh selanjutnya dilarutkan dengan HNO_3 (p) dan dianalisis dengan AAS. Hasil analisis ditunjukkan pada tabel berikut :

Tabel 2. Kadar Pb dalam berbagai sampel dekstruksi kering

Sampel	Kadar Pb (ppm)
Sosis	0,21
Leci	0,12

Dari tabel di atas diketahui bahwa kadar Pb dalam leci maupun sosis cukup kecil. Bahkan sebelumnya kadar Pb terbaca 0 ppm pada beberapa kali ulangan. Hal ini disebabkan saat pengabuan dengan tanur ada sebagian dari Pb yang semula terikat dengan matriks polimer seperti karbohidrat dan protein belum dapat terdekstruksi keseluruhan sehingga sebagian senyawa organik masih mengikat Pb. Kemungkinan juga beberapa senyawa teradsorbsi pada permukaan wadah silikat termasuk Pb sehingga saat analisis Pb yang terdeteksi cukup kecil. Pemilihan pelarut saat proses pelarutan abu menggunakan larutan HNO_3 0,5 M diduga juga tidak mampu larut sempurna sehingga kadar Pb terbaca sangat rendah.

Analisis Pb dalam sampel makanan kaleng

Analisis Pb dalam sampel yang dipreparasi dengan destruksi basah

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah sosis dan leci dan dipilih sampel yang tidak kedaluarsa. Sampel dibedakan menjadi 2 yaitu bagian cair dan padatan. Zat pendestruksi yang digunakan berturut turut adalah HNO_3 (p), campuran HNO_3 (p), H_2SO_4 (p) 3:1, dan campuran HNO_3 (p), H_2SO_4 (p) dan H_2O_2 (p) 6:2:1.

Tabel 3. Kadar Pb dalam berbagai sampel dengan menggunakan HNO₃ sebagai agen pendestruksi

Sampel	penyimpanan	Kadar Pb (ppm) dalam 4 ulangan			
		1	2	3	4
Sosis kering	0 hari	0,26	0,17	0,12	0,08
Leci kering	0 hari	0,27	0,08	0,19	0,15
Sosis kering	7 hari	0	0	0	0
Leci kering	7 hari	0	0	0	0

Dari tabel di atas diketahui bahwa zat pendestruksi HNO₃ pekat ternyata memberikan hasil yang tidak konsisten dan tidak stabil baik untuk sampel leci ataupun sosis. Hal ini diketahui dari hasil analisis 4 ulangan yang tidak stabil dan tidak dibaca trendnya. Ketidakstabilan ini disebabkan karena sampel tidak terdestruksi sempurna sehingga ada sebagian Pb yang masih terikat dengan matriks sampel yang kaya akan polimer karbohidrat dan protein. Ketidakstabilan kadar Pb juga diketahui dari hasil analisis sampel yang disimpan selama 7 hari. Hasil analisis kadar Pb dalam sampel yang disimpan selama 7 hari terbaca 0 ppm dikarenakan Pb mengendap kembali bersama polimer terlarut didalamnya sehingga logam Pb yang berada dalam filtrat tidak ditemukan. Hal ini disebabkan pendestruksi HNO₃ kurang kuat untuk merusak matriks sampel yang membebaskan Pb agar dapat terlarut sempurna dan ketika disimpan selama 7 hari maka polimer sampel dapat mengendapkan Pb kembali.

Ketika preparasi diketahui bahwa sosis membutuhkan zat pendestruksi yang lebih kuat yaitu campuran dari HNO₃/H₂SO₄/ H₂O₂ (6:2:1) untuk mencapai destruksi yang sempurna yang ditandai dengan hancurnya seluruh matriks sampel membentuk larutan yang jernih. Hasil destruksi sampel dianalisis kadar Pb didalamnya seperti Tabel 5.

Tabel 4. Kadar Pb dalam sampel sosis dengan menggunakan HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1. sebagai agen pendestruksi

Ulangan	Kadar Pb (ppm)				
	1	2	3	4	5
	0,59	0,68	0,65	0,60	0,68

Dari Tabel 4 di atas didapatkan data bahwa kadar Pb dalam sosis yang didestruksi dengan HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1 dalam 5 kali ulangan sudah cukup teliti. Hal ini diketahui dari data tertinggi (0,68 ppm) dan terendah (0,59 ppm) dan rata-rata 0,64 ppm. Sosis merupakan sampel yang kaya akan protein suatu polimer asam amino dengan berat molekul yang sangat besar sehingga perlu zat pendestruksi yang kuat. Zat pendestruksi campuran HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1 sudah cukup kuat untuk merusak matriks sehingga Pb dapat terlarut dalam filtrat dengan sempurna. Pb yang terlarut relatif stabil dalam pelarut zat asam kuat dan Pb tidak dapat mengendap kembali karena diperkirakan sebagian besar polimer telah terhidrolisis.

Sampel Leci cukup didestruksi dengan campuran HNO₃/H₂SO₄ (3:1) dan sudah diperoleh larutan yang jernih. Leci merupakan sampel yang kaya karbohidrat baik monosakarida (fruktosa), disakarida (sukrosa) maupun polisakarida (serat) sedangkan proteinnya hanya sedikit. Polimer sakarida cukup didestruksi dengan campuran HNO₃/H₂SO₄ tidak memerlukan H₂O₂. Hasil analisis kadar Pb dalam sampel leci ditunjukkan pada tabel berikut :

Tabel 5. Kadar Pb dalam sampel leci dengan menggunakan HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) 3:1. sebagai agen pendestruksi

Ulangan	Kadar Pb (ppm)				
	1	2	3	4	5
	0,68	0,72	0,69	0,65	0,70

Dari Tabel 5 di atas didapatkan data bahwa kadar Pb dalam leci yang didestruksi dengan HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) 3:1 dalam 5 kali ulangan sudah cukup teliti. Hal ini diketahui dari data tertinggi (0,72 ppm) dan

terendah (0,65 ppm) dan rata rata 0,688 ppm. Leci merupakan sampel yang kaya akan karbohidrat khususnya gula dan memerlukan zat pendestruksi campuran HNO₃ (p), H₂SO₄ 3:1 sudah cukup kuat untuk merusak matriks sehingga Pb dapat terlarut dalam filtrat dengan sempurna. Pb yang terlarut relatif stabil dalam pelarut zat asam kuat dan Pb tidak dapat mengendap kembali karena diperkirakan sebagian besar polimer telah terhidrolisis.

Cairan dalam makanan kaleng baik sosis maupun leci cukup didekstruksi dengan HNO₃ karena pada matriks cairan tidak banyak terdapat polimer golongan protein maupun karbohidrat sehingga dapat larut sempurna dan tampak jernih. Cairan dari sosis dan leci kalengan didekstruksi dengan HNO₃ dan menunjukkan hasil yang cukup stabil jika ditinjau dari 3 kali ulangan. Hal ini disebabkan matriks cairan pada sosis dan leci kaleng termasuk zat cair yang cukup encer sehingga mudah membuat Pb cukup larut. Hasil analisis cairan pada sosis dan leci kaleng ditunjukkan pada tabel berikut :

Tabel 7. Kadar Pb dalam berbagai sampel dengan menggunakan HNO₃ sebagai agen pendestruksi

Sampel	Kadar Pb (ppm) dalam 3 ulangan		
	1	2	3
Cairan Sosis	0,29	0,28	0,28
Cairan Leci	0,27	0,26	0,27

Cairan dari leci dan sosis kaleng juga dicoba dengan zat pendestruksi HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1 meskipun dengan HNO₃ (p) saja sudah cukup jernih dan memberikan hasil yang cukup teliti dari 3 kali ulangan. Kadar Pb dalam berbagai sampel dengan menggunakan HNO₃ dan asam sulfat dan peroksida sebagai agen pendestruksi ditunjukkan pada Tabel 8.

Dari hasil analisis Pb seperti Tabel 8 ternyata zat pendestruksi HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1 memberikan hasil rata rata konsentrasi Pb hampir 2 kali

lipat daripada HNO₃ (p) saja. Hal ini disebabkan karena zat pendestruksi HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1 jauh lebih kuat daripada HNO₃ (p) saja untuk melarutkan Pb sebagai kation logam bebas. Meskipun secara fisik kedua sampel dengan zat pendestruksi yang berbeda terlihat jernih namun hasil analisis nya berbeda cukup jauh. Hasil analisis Pb dalam 2 jenis sampel cair tersebut menyimpulkan bahwa zat pendestruksi HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1 lebih efektif untuk melarutkan Pb dalam sampel cair dibandingkan HNO₃ (p) dilihat dari kestabilan sampel dan hasil yang diperoleh.

Tabel 4.8. Kadar Pb dalam berbagai sampel dengan menggunakan HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1 sebagai agen pendestruksi

Sampel	Kadar Pb (ppm) dalam 3 ulangan		
	1	2	3
Sosis cair	0,46	0,48	0,42
Leci cair	0,45	0,47	0,45

Kadar logam Timbal (Pb) dalam sampel sosis dan leci kaleng baik pada sampel padat dan cairannya masih memenuhi syarat yaitu dibawah 1ppm dan melebihi ambang batas S.K Dirjen BPOM No. 03725/B/SK/VII/89. Hal ini dapat dimungkinkan karena kaleng sebagai wadah makanan olahan telah mengandung logam Pb, dan senyawa-senyawa dalam sampel tercemar logam berat Pb. Interaksi bahan makanan olahan dengan wadahnya memang tidak dapat dihindarkan namun semakin lama interaksi maka kemungkinan kadar Pb akan semakin besar. Konsumsi makanan kaleng sebaiknya memperhatikan masa kedaluarsa agar cemaran Pb tidak berlebihan terakumulasi pada konsumen.

Kajian Hasil Penelitian tentang Makanan yang Halal dan Baik dalam Perspektif Islam

Ajaran Islam mencakup seluruh aspek kehidupan, tak terkecuali masalah makanan. Oleh karena itu bagi kaum

muslimin, makanan di samping berkaitan dengan pemenuhan kebutuhan fisik, juga berkaitan dengan ruhani, iman dan ibadah juga dengan identitas diri, bahkan dengan perilaku (Suprayatmi, 2011).

Allah SWT berfirman dalam Al-quran surat Al-Baqarah ayat 168 sebagai berikut:

Artinya : *Hai sekalian manusia, makanlah yang halal lagi baik dari apa yang terdapat di bumi, dan janganlah kamu mengikuti langkah-langkah syaitan; karena sesungguhnya syaitan itu adalah musuh yang nyata bagimu* (Q.S Al Baqarah:168).

Ayat di atas menjelaskan, makanan yang halal dan baik dapat menentukan perkembangan rohani dan pertumbuhan jasmani kearah positif dan diridoi Allah didunia dan diakhirat, kalau tidak manusia akan berwatak syetan di dunia ini dan diancam dengan siksaan neraka pada hari kiamat kelak (Mustafa, 1992).

Selain surat Al-Baqarah ayat 168 terdapat pula ayat Al-Maidah ayat 88

Artinya : *“Dan makanlah makan yang halal lagi baik dari apa yang Allah telah berikan rezekinya kepadmu bertaqwalah pada Allah yang kamu beriman pada-Nya.”* (QS. Al Maidah : 88).

Ayat di atas menjelaskan bahwa Allah memerintahkan kepada kita untuk memilih makanan yang halal dan baik. Halal berarti sesuatu yang dibolehkan oleh syariat, sedangkan baik berarti perkara yang dinikmati oleh diri dan dicenderung hati, yang dapat juga diartikan makanan yang bergizi, menyehatkan dan tidak membahayakan bagi tubuh dan akal (Mustafa, 1992).

Oleh sebab itu, maka di dalam memilih makanan yang halal tetapi baik dan yang baik tetapi halal ini, selain daripada yang ditentukan oleh Allah, diserahkan juga dalam ijthad kita sendiri memilih mana yang halal dan baik. Itu sebabnya ujung ayat berbunyi: *“Dan bertakwalah kepada Allah yang kamu beriman keada-Nya”*. Ketentuan Allah tentang halal dan baik, lalu diserahkan kepada pertimbangan batin,

yaitu takwa dan iman, bertambah penting memilih makanan dan minuman yang layak di dunia ini. Itu sebabnya, apabila hendak memakan suatu makanan, disuruh dengan tekanan keras agar membaca *Bismillah* dan setelah makan disuruh pula dengan tekanan keras memuji Allah: *Alhamdulillah*.

Organ tubuh yang dipergunakan untuk melakukan metabolisme dan penyerapan zat makanan akan lebih mudah terserang penyakit apabila konsumsi makanan melebihi batas yang dibutuhkan oleh tubuh.

Pada tubuh manusia makanan mengalami proses pengolahan yang meliputi pencernaan, penyerapan dan metabolisme. Zat makanan dibutuhkan sebagai sumber energi, sedangkan zat makanan yang tidak tercerna oleh enzim pendegradasi pangan akan menjadi serat pangan yang menyehatkan saluran pencernaan. Makanan merupakan sumber energi yang akan mengalir pada darah manusia, jadi jika makanan yang dimakan adalah makanan yang halal dan memiliki nilai gizi tinggi maka diharapkan akan mendorong seseorang untuk lebih sehat dan lebih mudah menjalankan aktivitas .

Pada penelitian ini, didapatkan hasil bahwa kadar logam timbal (Pb) masih berada dibawah ambang batas yang telah ditentukan oleh BPOM dan SNI. Hal ini juga memenuhi kriteria makanan yang baik yaitu (Ahira, 2010):

- Tidak mengandung zat kimia berlebihan
- Tidak mengandung zat pewarna kimia
- Tidak mengandung zat pengawet makanan

Allah SWT telah memberikan makanan halal sebagai rezeki untuk kita dan kita perlu mensyukuri dan bertakwa kepadaNya. Bertakwa dalam hal makanan menuntut agar setiap makanan yang dicerna tidak mengakibatkan penyakit dan aman bagi yang mengkonsumsi . Dengan memenuhi makan yang memenuhi unsur gizi yang lebih baik (*thayyib*) diharapkan tubuh berada dalam keadaan yang optimal sehingga daya tahan tubuh akan bekerja

secara maksimal dalam menolak segala macam penyakit. Manusia hendaknya berfikir tentang berbagai karunia Allah SWT yang telah diberikan kepada manusia. Allah SWT telah mengatur kehidupan ini dengan sempurna dan dengan penuh keseimbangan seperti yang telah tersurat dalam Al-Qur'an dan telah terbukti dalam kehidupan. Oleh karena itu, marilah kita lakukan segala perintahnya dan menjauhi segala larangannya.

IV. KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari penelitian didapatkan beberapa kesimpulan dan saran yaitu :

Zat pengoksidasi terbaik untuk mendesktrusi sampel sosis untuk analisis Pb adalah adalah HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1, untuk sampel leci adalah HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) 3:1, sedangkan sampel cair baik pada sosis maupun leci adalah HNO₃ (p), H₂SO₄ (p) dan H₂O₂ (p) 6:2:1.

Analisis sosis dan leci menggunakan desktruksi basah memberikan hasil hampir 3 kali dibandingkan dengan dekstruksi kering. Desktruksi basah lebih efektif diterapkan untuk sosis dan leci daripada destruksi kering

Saran

Perlu dilakukan Penelitian tentang kandungan logam berat lain dalam sosis maupun leci kaleng.

Perlu dicoba metode adisi standar untuk analisis Pb dalamn sosis dan leci kaleng

V. DAFTAR PUSTAKA

Aziz, V. 2007. Analisis kandungan logam Timah, Seng dan Timbal pada sampel Susu Kental Manis kemasan kaleng menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. Skripsi Jurusan Kimia UII Yogyakarta

Cahyadi, W. 2004. Bahaya Pencemaran Timbal pada Makanan dan Minuman.

Day and Underwood. 2002. Analisis Kimia Kuantitatif. Jakarta: Erlangga

Destrosier, M.N. 1988. Teknologi Pengawetan Pangan. Jakarta: UI Press

James, C.J. 1999. Analytical Chemistry Of Foods. An Aspen Publication, Gaihtthersburg : Maryland

Khopkar, S.M. 1990. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta: UI Press

Khozanah, H., 2004, Penentuan Kandungan Pb dan Cu pada sayuran sawi dengan AAS. Skripsi Jurusan Kimia UII Yogyakarta

Maria, S. 2010. Penentuan kadar logam besi (Fe) dalam tepung gandum dengan cara destruksi basah dan destruksi kering dengan spektroskopi serapan atom (SSA). Skripsi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Sumatera Utara

Miller, J.C. 1991. Statistika untuk Kimia Analitik. Bandung : ITB Press

Mulyono. 2005. Kamus Kimia. Jakarta: Bumi Aksara

Mustofa, A. 1992. Terjemah Tafsir Al-Maraghi. Semarang: CV. Toha Putra

Rohman, A. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar

Surtipanti. 2005. Penentuan logam berat dalam daging, usus, Hati, ayam dan telur dengan spektroskopi serapan atom. Journal Center for the Application of Isotopes Radiation, BATAN