

## **BAB 3**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Jenis Penelitian**

Jenis penelitian yang dilakukan adalah deskriptif, yaitu untuk menganalisis kadar timbal (Pb) pada minuman ringan kemasan kaleng. Sesuai Standar Nasional Indonesia 7387:2009 kadar logam berat Timbal (Pb) yang diperbolehkan yaitu sebesar 0,2 mg/kg.

#### **3.2 Populasi dan Sampel**

##### **3.2.1 Populasi Penelitian**

Populasi pada penelitian adalah minuman ringan kemasan kaleng yang dijual di daerah Mulyosari, dengan jumlah populasi minuman ringan kemasan kaleng sebanyak 10 macam.

##### **3.2.2 Sampel Penelitian**

Sampel yang dianalisis adalah minuman ringan kemasan kaleng yang dijual disekitar Mulyosari. Setiap toko diambil 2 macam minuman ringan. Jadi besar sampel seluruhnya adalah 20 sampel. Untuk menghitung jumlah sampel dari populasi yang telah diketahui jumlahnya digunakan rumus sebagai berikut :

$$n = \frac{N}{1+N(d)^2}$$

Keterangan :

n = Jumlah sampel

N = Jumlah populasi

d = Tingkat signifikansi 5% (0.05)

(Kamila, 2014)

Untuk penelitian ini jumlah N = 10 dengan tingkat kesalahan 5% (0,05) perhitungan sampel sebagai berikut :

$$n = \frac{N}{1+N(d)^2}$$

$$n = \frac{10}{1+10(0,05)^2}$$

$$n = 9,756$$

$$n = 10$$

### **3.3 Lokasi dan Waktu Penelitian**

#### **3.3.1 Lokasi Penelitian**

1. Pengambilan sampel minuman ringan kemasan kaleng dilakukan di wilayah Mulyosari Surabaya pada bulan Mei 2018
2. Pemeriksaan sampel dilakukan di Laboratorium Kesehatan Daerah (LABKESDA).

### **3.3.2 Waktu Penelitian**

Penelitian ini dimulai pada bulan Desember 2017 sampai dengan bulan Juli 2018, pemeriksaan sampel dilakukan pada bulan Mei-Juni 2018.

## **3.4 Variabel Penelitian dan Definisi Operasional Variabel**

### **3.4.1 Variabel Penelitian**

Variabel Penelitian ini adalah kandungan timbal (Pb) yang terdapat dalam minuman ringan kemasan kaleng sebanyak 20 sampel.

### **3.4.2 Definisi Operasional**

Kadar timbal (Pb) dalam minuman ringan kemasan kaleng dinyatakan dengan prosentase sampel yang memenuhi syarat atau tidak memenuhi syarat sesuai dengan Standar Nasional Indonesia 7387:2009 yaitu sebesar 0,2 mg/kg. Kadar timbal dalam penelitian ini diperoleh dari hasil uji laboratorium dengan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

## **3.5 Metode Pengumpulan Data**

Data tentang kadar timbal (Pb) pada minuman ringan kemasan kaleng diperoleh melalui uji laboratorium yang sebelumnya ditabulasi terlebih dahulu dengan tahapan-tahapan sebagai berikut :

### **3.5.1 Instrumen Penelitian**

Instrumen yang dipakai dalam penelitian ini adalah Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), pipet volume, labu ukur, gelas beker, erlenmeyer, hot plate, tabung reaksi.

### **3.5.2 Pembuatan Kurva Standart Timbal (Pb)**

Larutan standart Pb induk 1000 mg/L dibuat dari larutan dengan merk dagang E-Merch. Larutan Pb 10 mg/L dibuat dengan cara

memindahkan 2 mL larutan baku 1000 mg/L ke dalam labu ukur 200 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas. Larutan standar Pb 0,5 mg/L; 1 mg/L; dan 5 mg/L dibuat dengan cara memindahkan 2,5 mL; 5 mL; dan 25 mL larutan baku 10 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas. Kemudian larutan tersebut dianalisis dengan spektrofotometri serapan atom bersamaan dengan sampel yang telah didestruksi untuk mengetahui konsentrasi logam Pb dalam sampel.

### **3.5.3 Preparasi Sampel**

Sampel minuman ringan kemasan kaleng yang telah diberi kode A dipindahkan ke dalam gelas beker, kemudian dipipet 10 mL, dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, tambahkan aquades sampai tanda batas. Lalu tuang sampel ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan 5 mL larutan pendestruksi ( $\text{HNO}_3$ ) dan dipanaskan di atas hot plate pada suhu  $100\text{ }^\circ\text{C}$  sampai volume tinggal separuhnya serta dilakukan dilemari asam. Kemudian didinginkan pada suhu ruang. Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas. Kemudian ulangi perlakuan tersebut untuk kode sampel B sampai J. Setelah itu, hasilnya dianalisis dengan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) (Labkesda, 2018).

### **3.5.4 Pemeriksaan Sampel**

#### **A. Prinsip Pemeriksaan**

Pada pemeriksaan kadar Timbal (Pb) pada minuman ringan kemasan kaleng menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). 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 yang sesuai dengan logam yang akan dianalisis kemudian masuk ke dalam detektor dan absorbansi, lalu sampel akan terbaca di dalam sistem pembacaan alat. Kondisi yang ideal untuk suatu analisis menggunakan metode SSA adalah larutan sampel yang dianalisis harus memenuhi ketentuan bahwa larutan sampel harus berada pada dalam matrik dengan larutan standar. Pengukuran dengan metode SSA ini memiliki kepekaan yang tinggi karena kadar logam kurang dari 1 mg/L masih dapat ditentukan.

Konsentrasi larutan sampel ditentukan dengan menggunakan kurva kalibrasi dengan cara mengukur serapan sampel kemudian dikonversikan pada kurva kalibrasi tersebut. Konsentrasi sampel dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan regresi dari kurva kalibrasi, namun hasil konsentrasi sampel dari pengukuran tidak boleh kurang dari batas deteksi (BD) dan batas kuantitasi (BK) yang diperoleh. Batas deteksi (BD) merupakan konsentrasi terendah yang masih dapat terdeteksi oleh suatu alat. Batas kuantitasi (BK) merupakan konsentrasi terendah yang masih dapat diterima.

## **B. Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan dalam pemeriksaan :

1. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)
2. Erlenmeyer
3. Labu Ukur

4. Pipet Volume
5. Pipet Ukur
6. Hot Plate
7. Push Ball (*filler*)
8. Lemari Asam

Bahan yang digunakan dalam penelitian

1. Berbagai macam minuman ringan kemasan kaleng yang dijual di daerah Mulyosari.
2. Larutan Standart Pb
3. Larutan HNO<sub>3</sub> pekat
4. Aquabides

### **C. Prosedur Pemeriksaan**

Menyiapkan alat Spektrofotometri

1. Menyalakan blower dan kompresor udara
2. Membuka aliran gas asetilen (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)
3. Memasang lampu katoda unsur pada soket
4. Menghidupkan UPS CPU AA-7000 dan ASC
5. Mengklik Measurment pada menu WizAARd
6. Mengetik admin pada login ID biarkan password tetap kosong
7. Klik Element Selection, lalu Klik Select Elemens, tentukan elemen analisa
8. Pilih Flame Countinous
9. Klik centang pada using ASC
10. Klik Calibration Curve Setup

11. Mengisi Conc. Unit dan jumlah standart pada No. of lines
12. Klik UPDATE
13. Mengisi kolom sample ID dengan jenis standardnya
14. Mengisi True Value dengan konsentrasi standard
15. Mengisi pos dengan nomor posisi dimana larutan standard ditempatkan
16. Klik Connect/send parameters, lalu cek list kotak parameter yang telah dicek
17. Klik Edit Parameter, pilih Lamp Mode dan Socket Timbal, check list Lamp ON
18. Klik Line search. Lalu klik Close, Next, Finish
19. Tekan tombol PURGE dan tombol IGNITE pada alat secara bersama-sama, tunggu hingga muncul nyaa api, baru lepaskan.
20. Klik Rinse, lalu masukkan aquades pada selang yang ada dialat lalu klik Autozero
21. Selanjutnya masukkan sampel yang sudah siap dianalisa ke lubang selang yang ada di alat. Lalu tekan Start.
22. Setelah itu klik File, Save As.
23. Tekan tombol Extinguish, klik instrument → Connect (tanda check list hilang) → exit
24. Matikan kompresor dan buang udara didalamnya
25. Tutup gas Asetilen, matikan AA-7000, lalu matikan blower (Labkesda Surabaya, 2018)

### 3.5.5 Tabulasi Data

Data yang diperoleh ditabulasikan seperti contoh tabel dibawah ini :

**Tabel 3.1 Hasil Pemeriksaan Kadar Timbal pada Minuman Ringan Kemasan Kaleng(mg/kg)**

No.	Kode Sampel	Kadar timbal (mg/kg)	Keterangan
1	A1		
2	A2		
3	B1		
4	B2		
	↓		
19	J1		
20	J2		

### 3.6 Analisis Data

Data yang diperoleh dari hasil penelitian disajikan dalam bentuk tabel, dan dihitung prosentase sampel yang memenuhi syarat atau tidak memenuhi syarat dengan rumus sebagai berikut :

$$P = \frac{F}{N} \times 100$$

Keterangan :

P = Prosentase (%) sampel minuman ringan yang memenuhi syarat

F = Jumlah ( $\Sigma$ ) sampel minuman ringan yang memenuhi syarat

N = Jumlah ( $\Sigma$ ) sample yang diperiksa

(Kamila, 2014)