

**ANALISIS LOGAM BERAT Pb DALAM KECAF MANIS DAN ASIN
YANG BEREDAR DI KOTA KARANGANYAR SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**



Diajukan oleh:
Riawati Riantri Arna
15092760A

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA
2013**

**ANALISIS LOGAM BERAT Pb DALAM KECAF MANIS DAN ASIN
YANG BEREDAR DI KOTA KARANGANYAR SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

SKRIPSI



Oleh :

Riawati Riantri Arna

15092760A

**FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA
2013**

PENGESAHAN SKRIPSI
Berjudul

**ANALISIS LOGAM BERAT Pb DALAM KECAP MANIS DAN ASIN
YANG BEREDAR DI KOTA KARANGANYAR SECARA
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

Oleh :

**Riawati Riantri Arna
15092760A**

Dipertahankan di hadapan Panitia Penguji Skripsi
Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi
Pada tanggal : 21 juni 2013

Mengetahui,
Fakultas Farmasi
Universitas Setia Budi

Dekan



Pembimbing Utama

Endang Sri Rejeki M.Si., Apt.

Pembimbing Pendamping

Drs. Mardiyono, M.Si.

Penguji

1. Iswandi, M.Farm., Apt.
2. Vivin Nopiyanti, M.Sc., Apt
3. Drs. Mardiyono, M.Si.
4. Endang Sri Rejeki, M.Si., Apt.

1.
 2.
 3.
 4.
-
-

HALAMAN PERSEMPAHAN



Temukan kebahagiaan hari ini dengan bersyukur dari hal-hal kecil
yang akan menuntun kamu esok meraih hal-hal besar.

(Mario Teguh)

Semua mimpi kita akan menjadi nyata – jika kita punya keberanian
untuk mengejarnya

(Walt Disney)

Skripsiku ini ku persembahkan kepada:

- Allah SWT
- Orang tuaku dan keluargaku tersayang (mbah-mbahku, mbokde-mbokdeku, pakde-pakdeku, mas-masku, mbak-mbakku dan adek-adek ponakanku)
- Sahabat-sahabatku, Jono, Gutin, Panca, Titis, Yeni, Ririn, Ais, Tika, Landa, Tifa, Uki, Minul, Indah, Octa, Insri dan lain-lain yang tak bisa disebutkan satu per satu beserta seseorang yang spesial yang telah sangat membantu selama 2 tahun terakhir
- Almamaterku, bangsa, dan negaraku
- Terimakasih atas cinta yang selalu terkenang dalam hati, terimakasih karena selalu mendampingiku dan berjuang bersamaku.
- Love you all.....!!!!!!!

HALAMAN PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Saya siap menerima sanksi baik secara akademis maupun hukum, apabila skripsi ini merupakan jiplakan dari penelitian atau karya ilmiah atau skripsi orang lain.

Surakarta, 21 Juni 2013

Riawati Riantri Arna

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr.Wb.

Alhamdulillahirobbil'alamin. Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT karena hanya berkat rahmat, hidayah dan karunia-Nya penulis berhasil menyelesaikan skripsi yang berjudul: “ANALISIS LOGAM BERAT Pb DALAM KECAP MANIS DAN ASIN YANG BEREDAR DI KOTA KARANGANYAR SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM” dengan baik.

Penyusunan skripsi ini bertujuan untuk memenuhi syarat memperoleh gelar kesarjanaan pada Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi di Surakarta. Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan, bimbingan serta dukungan dari banyak pihak baik secara langsung maupun tidak langsung, oleh karena itu pada kesempatan kali ini, penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Winarso Suryolegowo, SH., M.Pd. selaku Rektor Universitas Setia Budi.
2. Prof. Dr. RA. Oetari, SU., MM., Apt. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi.
3. Ibu Endang Sri Rejeki, M.Si., Apt. selaku pembimbing utama serta Bapak Drs. Mardiyono, M.Si., selaku pembimbing pendamping, yang telah bersedia meluangkan waktu, memberi nasehat, membimbing, dan membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi.
4. Bapak Iswandi, M.Farm., Apt. selaku penguji satu, Ibu Vivin Nopiyanti, M.Sc., Apt. selaku penguji dua. Terimakasih atas saran-saran yang diberikan kepada penulis demi kesempurnaan skripsi ini.

5. Bapak dan ibu dosen serta staff karyawan Universitas Setia Budi yang telah memberikan informasi dan bantuan kepada penulis.
6. Bapak dan Ibu tersayang yang selalu di hati, terimakasih atas do'a, kasih sayang, dan dukungannya.
7. Saudara-saudaraku yang selalu memberiku perhatian, semangat, dan nasehat-nasehat yang selalu membuatku termotivasi.
8. Sahabat-sahabatku, teman-temanku Teori 3 dan FST-OA angkatan 2009.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penelitian ini masih jauh dari sempurna. Namun demikian penulis berharap bahwa skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi semua pembaca dan dapat memberikan sumbangan ilmu di bidang Farmasi.

Surakarta, 21 Juni 2013

Riawati Riantri Arna

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|--|---------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PENGESAHAN | ii |
| HALAMAN PERSEMPAHAN | iii |
| HALAMAN PERNYATAAN | iv |
| KATA PENGANTAR | v |
| DAFTAR ISI | vii |
| DAFTAR GAMBAR..... | x |
| DAFTAR TABEL | xi |
| DAFTAR LAMPIRAN | xii |
| INTISARI | xiii |
| ABSTRACT | xiv |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| A. Latar Belakang Masalah..... | 1 |
| B. Perumusan Masalah | 4 |
| C. Tujuan Penelitian | 5 |
| D. Manfaat Penelitian | 5 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | 6 |
| A. Kecap | 6 |
| 1. Pengertian kecap..... | 6 |
| 2. Kriteria kecap | 6 |
| 3. Kandungan gizi dalam kecap | 7 |
| 4. Mutu kecap | 7 |
| 5. Cara pembuatan kecap | 9 |
| B. Logam berat | 12 |
| 1. Logam timbal (Pb)..... | 12 |
| 1.1. Sifat fisika dan kimia timbal (Pb)..... | 12 |
| 1.2. Kegunaan timbal (Pb)..... | 13 |
| 1.3. Absorbsi dan metabolisme timbal (Pb)..... | 13 |

| | |
|---|----|
| 1.4. Mekanisme toksisitas timbal (Pb) | 13 |
| C. Spektrofotometri Serapan Atom..... | 14 |
| 1. Prinsip spektrofotometri serapan atom | 14 |
| 2. Instrumentasi | 15 |
| 2.1. Sumber sinar | 15 |
| 2.2. Tempat sampel | 16 |
| 2.3. Monokromator | 16 |
| 2.4. Detektor | 17 |
| 2.5. Sistem pencatat hasil | 17 |
| 3. Atomisasi spektrofotometri serapan atom | 17 |
| 3.1. Atomisasi dengan nyala | 17 |
| 3.2. Atomisasi tanpa nyala | 18 |
| 4. Kinerja spektrofotometri serapan atom | 19 |
| 5. Interferensi pada spektrofotometri serapan atom..... | 19 |
| 5.1. Interferensi spektral | 19 |
| 5.2. Interferensi kimia | 20 |
| 5.3. Interferensi fisika | 20 |
| 6. Kelebihan dan kekurangan spektrofotometri serapan atom | 21 |
| 7. Analisis dengan metode spektrofotometri serapan atom... | 21 |
| 7.1. Analisa kualitatif | 21 |
| 7.2. Analisa kuantitatif | 22 |
| D. Landasan Teori | 22 |
| E. Hipotesis..... | 24 |
| BAB III METODE PENELITIAN | 25 |
| A. Populasi dan Sampel | 25 |
| B. Variabel Penelitian..... | 25 |
| 1. Identifikasi variabel utama | 25 |
| 2. Klasifikasi variabel utama | 25 |
| 2.1. Variabel bebas | 25 |
| 2.2. Variabel tergantung | 26 |
| 2.3. Variabel terkendali | 26 |
| 3. Definisi operasional variabel utama | 26 |
| C. Alat dan Bahan | 26 |
| 1. Alat | 26 |
| 2. Bahan | 27 |
| D. Jalannya Penelitian | 27 |
| 1. Teknik pengambilan sampel | 27 |
| 2. Pencucian wadah dan peralatan preparasi | 27 |
| 3. Preparasi sampel | 28 |
| 4. Analisa kualitatif | 28 |
| 5. Analisa kuantitatif | 28 |
| 5.1. Pembuatan kurva kalibrasi timbal (Pb) | 28 |

| | |
|--|-----------|
| 5.2. Penentuan batas limit deteksi (LOD) dan limit kuantitas (LOQ) | 29 |
| E. Analisis Data | 29 |
| 1. Analisis data..... | 29 |
| 2. Perhitungan kadar..... | 30 |
| 3. Uji statistik..... | 30 |
| 3.1. Standar deviasi | 30 |
| BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN | 31 |
| A. Hasil penelitian | 31 |
| 1. Analisis sampel secara kualitatif | 31 |
| 2. Analisis sampel secara kuantitatif | 31 |
| 2.1. Hasil perhitungan kurva kalibrasi timbal (Pb) | 31 |
| 2.2. Hasil perhitungan batas deteksi (LOD) dan batas kuantifikasi (LOQ) | 32 |
| 3. Hasil perhitungan kadar sampel | 33 |
| B. Pembahasan | 33 |
| BAB V KESIMPULAN DAN SARAN | 38 |
| A. Kesimpulan | 38 |
| B. Saran | 38 |
| DAFTAR PUSTAKA | 39 |

DAFTAR GAMBAR

| | Halaman |
|---|----------------|
| 1. Skema proses pembuatan kecap secara tradisional | 11 |
| 2. Skema alat spektrofotometri serapan atom | 15 |
| 3. Lampu katoda berongga | 15 |
| 4. Grafik kurva baku antara konsentrasi dan absorbansi timbal (Pb)..... | 32 |
| 5. Diagram kadar purata sampel | 33 |

DAFTAR TABEL

| | Halaman |
|---|----------------|
| 1. Kandungan gizi kecap kedelai per 100 gram | 7 |
| 2. Syarat mutu kecap manis SNI 3543.1:2013 | 8 |
| 3. Syarat mutu kecap asin SNI 3543.2:2013 | 8 |
| 4. Temperatur maksimum dan kecepatan pembakaran dari berbagai nyala | 18 |
| 5. Hasil analisis kualitatif | 31 |
| 6. Data absorbansi larutan standar timbal (Pb) | 32 |
| 7. Hasil perhitungan kadar purata timbal | 33 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | Halaman |
|---|----------------|
| 1. Surat keterangan penelitian | 41 |
| 2. Cara pembuatan larutan standar dengan beberapa variasi konsentrasi dari larutan 1000 ppm | 42 |
| 3. Perhitungan LOD dan LOQ | 44 |
| 4. Data absorbansi timbal (Pb) dalam produk kecap manis dan kecap asin yang telah dianalisis secara spektrofotometri serapan atom | 47 |
| 5. Perhitungan absorbansi kecap manis dan kecap asin sampai diperoleh $C_{regresi}$ | 48 |
| 6. Cara perhitungan $C_{regresi}$ produk sampai diperoleh kadar <i>ppm</i> produk | 49 |
| 7. Perhitungan kadar timbal (Pb) dalam produk kecap manis dan kecap asin | 51 |
| 8. Data $C_{regresi}$, kadar, dan kadar akhir timbal dalam kecap manis dan kecap asin | 54 |
| 9. Daftar tabel r satu sisi | 55 |
| 10. Foto larutan standar Pb | 56 |
| 11. Foto sampel kecap manis dan kecap asin | 56 |
| 12. Foto pengabuan sampel kecap | 57 |
| 13. Foto alat <i>Muffle Furnace</i> | 58 |
| 14. Foto spektrofotometer serapan atom | 59 |

INTISARI

Arna, R. A., 2013, ANALISIS LOGAM BERAT Pb DALAM KECAP MANIS DAN ASIN YANG BEREDAR DI KARANGANYAR SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM, SKRIPSI, FAKULTAS FARMASI, UNIVERSITAS SETIA BUDI, SURAKARTA.

Kecap merupakan ekstrak fermentasi kedelai yang dicampurkan dengan bahan lain yang digunakan untuk meningkatkan *flavor* dari makanan. Timbal merupakan logam berat yang apabila masuk ke dalam tubuh lewat makanan akan terakumulasi secara terus-menerus dan dalam jangka waktu lama dapat mengakibatkan toksisitas. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar timbal yang terdapat dalam beberapa produk kecap manis dan asin dengan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom.

Empat sampel kecap manis dan asin dipilih secara acak. Sampel ditimbang dalam cawan porselen \pm 5 gram, kemudian di oven pada suhu 110 °C sampai kering. Sampel diabukan dalam *muffle furnace* pada suhu 550 °C. Sampel dilarutkan dengan 5 ml *aquaregia*, dimasukkan dalam labu takar 10,0 ml, dan ditambahkan *aquabidestilata* sampai tanda batas. Analisis dilakukan dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom (AAS).

Hasil analisis menunjukkan bahwa keempat sampel mengandung timbal (Pb). Kadar timbal dalam kecap manis A, B dan kecap asin C, D yaitu $0,588 \pm 0,169$ mg/kg, $0,764 \pm 0,276$ mg/kg, $0,853 \pm 0,287$ mg/kg, $0,681 \pm 0,091$ mg/kg. Semua kadar sampel kecap manis dan kecap asin berada di bawah 1,0 mg/kg sehingga dapat dinyatakan masih memenuhi syarat yang ditetapkan oleh SNI.

Kata kunci: Kecap, timbal (Pb), spektrofotometri serapan atom

ABSTRACT

Arna, R. A., 2013, ANALYSIS OF HEAVY METAL Pb IN THE SWEET AND SALTY KETCHUP IN THE KARANGANYAR BY ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRIC, THESIS, PHARMACY FACULTY, SETIA BUDI UNIVERCITY, SURAKARTA.

Ketchup is a fermentation extract of beans that mixed with other materials which are used to improve the flavor on food. Lead is heavy metal that if go into the body through the food will be accumulated in continually and long term can cause toxicosis. This research in order to know the content of lead that included in some sweet and salty ketchup by using the method of atomic absorption spectrophotometric.

Four samples of sweet and salty ketchup are chosen in random. They're weighed in \pm 5 grams of petri porcelain, then they're ovened in the temperature of 110 °C till dried. These samples are ashed in a muffle furnace of 550 °C, dissolved with 5 ml of aqua regia, entered on dosage flask and add with aquabidestilata till the limit by using atomic absorption spectrophotometric.

This analysis shows that the fourth of the samples contain lead. The content of lead in sweet ketchup A, B, and salty ketchup C, D are $0,588 \pm 0,169$ mg/kg, $0,764 \pm 0,276$ mg/kg, $0,853 \pm 0,287$ mg/kg, $0,681 \pm 0,091$ mg/kg. All the content of ketchup samples, sweet and salty are under 1,0 mg/kg so can be declared that they still fulfill requirement that decided by SNI.

Keyword: ketchup, lead (Pb), atomic absorption spectrophotometric.

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang Masalah

Pemanfaatan produk fermentasi sebagai makanan tradisional telah lama dilakukan seperti halnya di negara barat untuk menghasilkan produk-produk fermentasi yang kaya akan rasa. Negara Asia dikenal berbagai macam makanan dan minuman tradisional yang pembuatannya dilakukan dengan cara fermentasi spontan untuk menghasilkan makanan yang kaya rasa seperti tempe, brem, oncom, dan minuman beralkohol seperti arak. Salah satu bahan penyedap hasil fermentasi yang sering digunakan sebagai bahan pemberi rasa, berwarna coklat gelap dan berbau tajam adalah kecap. Kecap digunakan sebagai *flavor enhancer* (pembangkit rasa) dalam makanan seperti: ayam goreng, ikan bakar, sate, soto, gado-gado, sayur dan berbagai makanan lainnya (Kurniawan 2008).

Kecap berasal dari Cina yang merupakan penyedap makanan tradisional yang telah dikenal di Asia sejak 1000 tahun yang lalu, kemudian menjadi terkenal pula di negara Amerika. Kecap merupakan produk tradisional yang sudah dikenal dan diterima secara meluas di dunia internasional seperti kecap manis Indonesia yang telah dieksport ke negara Australia, Uni Emirat Arab, Fiji, Suriname, Singapura, Hongkong, Kuwait, Brunei Darussalam, Taiwan, Jepang, Selandia Baru, dan Belanda (Kurniawan 2008).

Di Indonesia dikenal dua macam kecap yaitu kecap manis dan kecap asin. Pada dasarnya cara pembuatan kecap tersebut hampir sama, yang berbeda hanya

pada bahan dasarnya. Kecap asin diperoleh dari filtrat hasil ekstraksi tanpa atau ditambah sedikit gula, sedangkan kecap manis diperoleh dari pengenceran dengan penambahan gula sehingga diperoleh rasa manis (Yudihapsari 2009). Kebutuhan kecap tiap tahun meningkat dan kecap sebagai *flavor enhancer* semakin disukai di Indonesia, semakin banyaknya kebutuhan masyarakat akan kecap membuat para produsen kecap meningkatkan kualitasnya (Kurniawan 2008).

Bahan pangan yang dikonsumsi sehari-hari merupakan hasil pertanian. Pangan seharusnya memenuhi kriteria ASUH (Aman, Sehat, Utuh dan Halal). Mutu dan keamanan pangan berpengaruh langsung terhadap kesehatan masyarakat dan perkembangan sosial. Kehidupan sehari-hari manusia tidak terpisahkan dari benda-benda yang berasal dari logam. Pencemaran logam berat cenderung meningkat sejalan dengan meningkatnya proses industrialisasi. Saat ini produk pangan mentah maupun matang banyak terpapar logam berat dalam jumlah dan tingkat yang cukup mengkhawatirkan, terutama di kota-kota besar dimana tingkat polusi oleh asap pabrik dan asap buangan kendaraan bermotor telah mencapai tingkat yang sangat tinggi serta konsumsi makanan yang dikemas dengan kemasan modern (Widaningrum *et al.* 2007).

Pencemaran logam berat dalam lingkungan bisa menimbulkan bahaya bagi kesehatan, baik pada manusia, hewan, tanaman, maupun lingkungan. Munculnya kasus pencemaran yang melebihi batas sehingga mengakibatkan kerugian dan meresahkan masyarakat yang tinggal di sekitar daerah perindustrian maupun masyarakat pengguna produk industri tersebut. Hal itu terjadi karena sangat

besarnya resiko terpapar logam berat maupun logam transisi yang bersifat toksik dalam dosis atau konsentrasi tertentu (Widowati *et al.* 2008).

Logam Pb merupakan logam non-esensial yang diakui dibutuhkan dalam tubuh manusia dalam jumlah yang sangat kecil, tetapi dalam jumlah besar bersifat toksik yang dapat mengakibatkan berbagai penyakit bagi manusia. Cemaran logam timbal (Pb) sebagian besar diakumulasi oleh organ tanaman. Produk makanan dan minuman dapat mengandung logam berat yang dapat berasal dari bahan baku produk, cara pengolahan maupun cara pengemasan (Darmono 2001).

Logam berat tersebut bila masuk ke dalam tubuh lewat makanan akan terakumulasi secara terus-menerus dan dalam jangka waktu lama dapat mengakibatkan gangguan sistem syaraf, kelumpuhan, dan kematian dini serta penurunan tingkat kecerdasan anak-anak (Widaningrum *et al.* 2007). Logam berat dapat menimbulkan efek gangguan terhadap kesehatan manusia, tergantung pada bagian mana dari logam berat tersebut yang terikat dalam tubuh serta besarnya dosis paparan.

Efek toksik dari logam berat mampu menghalangi kerja enzim sehingga mengganggu metabolisme tubuh, sehingga menyebabkan alergi yang bersifat mutagen, teratogen, atau karsinogen bagi manusia maupun hewan (Widowati *et al.* 2008). Penelitian ditujukan untuk mengetahui kadar logam berat non-esensial Pb dalam kecap manis dan kecap asin yang bahan dasar pembuatannya menggunakan kedelai yang diduga melebihi angka ketetapan dalam SNI karena adanya kontaminasi lingkungan produksi dari berbagai proses pengolahan kecap dan pengemasannya yang menyebabkan efek toksik pada manusia maupun hewan.

Spektrofotometri serapan atom (SAA) merupakan salah satu metode analisis yang sesuai untuk menentukan adanya unsur-unsur logam dalam kecap. Spektrofotometri serapan atom mempunyai beberapa kelebihan yaitu mempunyai kepekaan yang tinggi (batas deteksi rendah kurang dari 1 *ppm*), batas kadar penentuan luas (dari *ppm* sampai %), pelaksanaannya relatif sederhana, dan interferensinya sedikit. Prinsip spektrofotometri serapan atom adalah interaksi antara energi radiasi dengan unsur atom yang dianalisis. Spektrofotometri serapan atom bekerja berdasarkan penyerapan sinar tampak atau sinar ultraviolet oleh atom-atom netral (Gandjar dan Rohman 2009). Atom menyerap radiasi sinar yang dihasilkan lampu katoda berongga pada panjang gelombang sesuai pada unsur yang dianalisis. Atom tereksitasi kemudian kembali ke keadaan dasar dan memancarkan energi.

B. Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang telah dikemukakan, maka dalam penelitian ini dapat diambil perumusan masalah sebagai berikut:

Pertama, apakah dalam kecap manis dan kecap asin yang beredar di kota Karanganyar mengandung logam Pb?

Kedua, berapakah kadar logam yang terkandung dalam kecap manis dan kecap asin yang beredar di kota Karanganyar?

Ketiga, apakah besar kadar logam dalam kecap manis dan kecap asin tersebut sesuai dengan ketentuan SNI 3543.1:2013 dan SNI 3543.2:2013 yaitu 1,0 mg/kg?

C. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah pertama, untuk mengetahui ada tidaknya logam berat Pb yang terkandung dalam kecap manis dan kecap asin yang beredar di kota Karanganyar.

Kedua, untuk mengetahui berapa kadar logam berat Pb yang terkandung dalam kecap manis dan kecap asin yang beredar di kota Karanganyar.

Ketiga, untuk mengetahui kesesuaian kadar logam dalam kecap manis dan asin dengan ketentuan SNI 3543.1:2013 dan SNI 3543.2:2013 yaitu 1,0 mg/kg.

D. Manfaat Penelitian

Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumbangan ilmu pengetahuan yang berguna bagi masyarakat mengenai bahaya logam timbal (Pb) dalam kecap manis dan kecap asin serta dalam memilih jenis kecap yang aman untuk dikonsumsi.