BAB III
METODOLOGI

3.1. Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian deskriptif kuantitatif. Penelitian deskriptif yaitu metode penelitian untuk menggambarkan suatu hasil penelitian dengan memberikan deskripsi, penjelasan, juga validasi mengenai fenomena yang tengah diteliti (Ramdhan, 2021). Disebut kuantitatif, karena penelitian menggunakan data kuantitatif dalam pengukuran variabel yang digunakan yaitu kandungan logam berat timbal (Pb) ikan sarden kaleng yang beredar di supermarket X kota Malang.

3.2. Waktu dan Lokasi Penelitian

3.2.1. Waktu Penelitian

Penelitian ini akan dilaksanakan dari tanggal 20 Januari hingga 24 Februari 2025.

3.2.2. Tempat Penelitian

Preparasi sampel akan dilakukan di laboratorium Farmakognosi Fitokimia Jurusan Anafarma Poltekkes Malang dan pengukuran logam berat menggunakan instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) akan dilakukan di laboratorium *Halal Center* Universitas Islam Malang.

3.3. Populasi dan sampel

3.3.1. Populasi

Populasi merupakan gambaran sejumlah data yang jumlahnya sangat banyak dan luas dalam sebuah penelitian, dimana populasi juga merupakan kumpulan dari semua kemungkinan orang-orang, benda-benda, dan ukuran lainnya yang menjadi objek perhatian dalam sebuah peneliti (Renggo & Kom, 2022). Populasi pada penelitian ini adalah ikan sarden kemasan kaleng yang beredar di Supermarket X kota Malang.

3.3.2. Sampel

Sampel adalah sebagian dari populasi yang merupakan wakil dari populasi itu (Sugiyono, 2016). Teknik *sampling* yang diterapkan adalah *Purposive Sampling* yaitu metode pengambilan sampel yang didasarkan dengan karakteristik dari populasi yang relevan dengan tujuan penelitian (Kumara, 2018). Sampel pada penelitian ini adalah ikan sarden kemasan kaleng di supermarket X Kota Malang merek A dengan saus tomat. Jumlah sampel yang digunakan untuk penelitian yaitu 3 sampel.

3.4. Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah neraca analitik (RADWAG®), beaker gelas 50 ml (PYREX®), spatula, *hot plate (THERMO SCIENTIFIC®)*, pipet ukur 10 mL (IWAKI®), pipet volume 2 mL (IWAKI®), *bulb*, corong kaca, labu takar 50 mL (IWAKI®), dan pipet tetes.

3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel ikan sarden kemasan kaleng, $Pb(NO_3)_2$ (SMART-LAB®), HNO_3 65% (SMART-LAB®), H_2O_2 30% (SMART-LAB®), akuabides (WATERONE®), kertas saring whatman no 41.

3.4. Variabel Penelitian

3.4.1. Variabel Bebas

Variabel bebas *(Independent variable)* adalah variabel yang mempengaruhi atau menjadi sebab perubahannya atau timbulnya variabel dependen atau terikat (Sugiyono, 2016). Variabel bebas pada penelitian ini adalah ikan sarden kemasan kaleng di supermarket X kota Malang.

3.4.2. Variabel Terikat

Variabel terikat *(Dependent variable)* merupakan variabel yang dipengaruhi atau yang menjadi akibat karena adanya variabel bebas (Sugiyono,

2016). Variabel terikat pada penelitian ini adalah kadar logam berat timbal (Pb) dalam ikan sarden kemasan kaleng.

3.5. Definisi Operasional Variabel

Tabel 3.1 Definisi Operasional Variabel

No	Variabel	Definisi Operasional	Metode	Hasil Ukur	Skala Ukur
1.	Variabel Bebas: Ikan sarden kemasan kaleng	Ikan sarden kemasan kaleng merek A saus tomat yang beredar di supermarket X kota Malang	Observasi	Sampel ikan sarden kemasan kaleng di titik lokasi I,II, dan III	Nominal
2.	Variabel terikat: Kadar logam berat timbal (Pb) dalam ikan sarden kemasan kaleng yang beredar di supermarket X kota Malang	Menentukan kadar logam berat timbal (Pb) dalam ikan sarden kemasan kaleng di supermarket X kota Malang yang dinyatakan dalam mg/kg atau ppm	Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)	Nilai kadar dalam satuan ppm atau mg/kg	Rasio

3.6. Prosedur Penelitian

Metode analisis logam berat timbal (Pb) pada ikan sarden *(Sardinella sp)* kaleng dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) merujuk pada SNI 2354.5:2011 dengan beberapa modifikasi yang diambil dari penelitian Sumiyani dkk., 2021.

3.6.1 Pengambilan Sampel

Sampling dilakukan dengan menentukan supermarket yang menyediakan lebih banyak macam merek ikan sarden di kota Malang berdasarkan hasil observasi, yaitu Supermarket X. Jumlah cabang supermarket tersebut di kota Malang sebanyak 7 cabang. Oleh karena itu, 7 cabang ini digunakan sebagai lokasi pengambilan sampel. Dari 7 lokasi, hanya 3 lokasi digunakan sebagai lokasi sampling karena dari hasil wawancara yang telah dilakukan hanya ketiga lokasi tersebut yang bersedia memberikan data penjualan ikan sarden kemasan kaleng.

Kemudian penentuan jumlah sampel dilakukan dengan metode *Purposive sampling* dengan beberapa kategori yang diinginkan pada sampel yaitu ikan sarden kemasan kaleng dengan penjualan tertinggi di ketiga supermarket yaitu merek A dengan saus tomat. Pengambilan sampel dilakukan di rak urutan ikan sarden kaleng, dari deretan tersebut diambil 1 ikan sarden kaleng yang sesuai dengan kategori sampel yang diinginkan, cara tersebut dilakukan di setiap lokasi pengambilan sampel. Sehingga total sampel pada penelitian ini yaitu 3 sampel.

3.6.2 Preparasi Sampel

Sampel ikan sarden sebanyak 2 g ditimbang ke dalam gelas beaker, kemudian beratnya (W) dicatat. Penimbangan setiap sampel dilakukan sebanyak 3 kali untuk 3 replikasi. Sebanyak 10 mL HNO_3 65% ditambahkan ke dalam beaker gelas, kemudian dipanaskan pada suhu 80°C selama 15-30 menit. Larutan didiamkan hingga suhu ruang, kemudian 2 mL H_2O_2 30% ditambahkan dan larutan dipanaskan kembali pada suhu 80°C hingga larutan menjadi jernih. Setelah itu, larutan sampel dibiarkan hingga suhu ruang dan kemudian disaring menggunakan kertas saring whatman no 41. Larutan sampel dipindahkan ke

dalam labu takar 50 mL dan ditambahkan dengan akuabides sampai tanda batas. Larutan sampel siap untuk dilakukan analisis menggunakan SSA.

3.6.3 Pembuatan Larutan Standar Pb 10 ppm

Pembuatan larutan standar 10 ppm, dilakukan dengan cara memipet sebanyak 1 ml larutan induk $Pb(NO_3)_2$ 1000 ppm kemudian ditambahkan akuabides sampai tanda batas dalam labu ukur 100 ml dan dikocok sampai homogen.

3.6.4 Pembuatan Larutan Standar Kerja Pb

Pembuatan larutan standar kerja Pb dengan variasi konsentrasi 0,1 ppm, 0,3 ppm, 0,5 ppm, 0,7 ppm, 1 ppm dengan cara memipet sebanyak 0,5 ml; 1,5 ml; 2,5 ml; 3,5 ml; 5 ml dari larutan standar Pb 10 ppm lalu masing-masing konsentrasi ditambahkan dengan akuabides sampai tanda batas dalam labu ukur 50 ml dan dikocok sampai homogen.

3.6.5 Pembuatan Kurva Kalibrasi Timbal (Pb)

Diinjeksikan larutan standar kerja Pb 0,1 ppm, 0,3 ppm, 0,5 ppm, 0,7 ppm, dan 1 ppm ke dalam Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 283,3 nm, Kemudian dimasukkan data absorbansi pada aplikasi excel dan dibuat kurva kalibrasinya.

3.6.6 Pengukuran Kadar Timbal (Pb) pada Sampel

Larutan sampel diukur absorbansinya dengan Spektrofotometri Serapan Atom pada panjang gelombang 283,3 nm. Selanjutnya, dihitung kadar logam berat timbal (Pb) dalam sampel dengan satuan mg/kg.

3.7. Pengolahan, Penyajian Data, Dan Analisis Data

3.7.1 Pengolahan Data

Data yang diperoleh yaitu absorbansi larutan standar yang kemudian dibuat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi (sumbu X) dengan absorbansi (sumbu Y) larutan standar. Dengan menggunakan hukum lambert beer, kurva digunakan untuk mendapatkan nilai regresi linier.

Konsentrasi larutan sampel dapat diketahui dengan memasukkan absorbansi sampel ke dalam persamaan regresi linier yang didapat. Kadar timbal

(Pb) dalam sampel dapat dihitung dengan memasukkan konsentrasi sampel (ppm) dalam rumus (SNI 2354.5:2011) :

Kadar logam berat timbal (Pb) = $\frac{C \, x \, V \, x \, fp}{W}$

Keterangan :

C = konsentrasi sampel dalam ppm (mg/L)

V = volume akhir larutan dalam (L)

Fp = faktor pengenceran

W = berat contoh (kg)

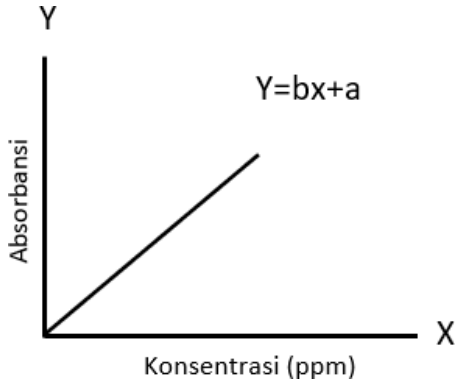
3.7.2 Penyajian Data

Data yang diperoleh kemudian disajikan dalam bentuk tabel dan kurva. Data absorbansi larutan standar timbal (Pb) disajikan dalam tabel 3.2, kemudian kurva kalibrasi yang didapat terdapat pada gambar 3.1. Hasil dari kadar timbal (Pb) pada ikan sarden kemasan kaleng yang diperoleh disajikan dalam tabel 3.3 dengan kesimpulan Memenuhi Syarat (MS) atau Tidak Memenuhi Syarat (TMS).

Tabel 3.2 data penyajian absorbansi larutan standar timbal (Pb)

No	Larutan	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	Standar 1		
2	Standar 2		
3	Standar 3		
4	Standar 4		
5	Standar 5		

Gambar 3.1 Penyajian Kurva



Keterangan:

b : koefisien regresi *(slope)*

a : tetapan regresi *(intercept)*

x : konsentrasi sampel

y : absorbansi sampel

Tabel 3.3 penyajian data dan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel ikan sarden kaleng

Sampel	**Kadar logam Pb (mg/kg)**				**Kesimpulan (MS/TMS)**
	Replikasi 1	**Replikasi 2**	**Replikasi 3**	**Rata-rata**	
1					
2					
3					

Keterangan: MS = Memenuhi Syarat TMS = Tidak Memenuhi Syarat

3.7.3 Analisis Data

Data kadar logam timbal (Pb) dalam ikan sarden kaleng yang diperoleh kemudian dianalisis dengan melihat persyaratan yang ditetapkan oleh Badan

Standarisasi Nasional yaitu SNI 8222:2022 yakni batas maksimum timbal (Pb) dalam sarden dan makarel dalam kemasan kaleng yaitu ≤0,30 mg/kg, lalu dibuat kesimpulan memenuhi syarat atau memenuhi syarat.