

Analisis deteksi logam berat (Pb) pada sampel pangan segar asal tumbuhan (PSAT) menggunakan metode GFA AAS

Andi Rizki Berliana Zahra Wahab¹, Kurnia Makmur^{1*}, Andi Fakhruddin².

¹Prodi Biologi Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar

²Balai Besar Karantina Pertanian Makassar

*Corresponding author: Jl. HM. Yasin Limpo 36 Gowa, Sulawesi Selatan, Indonesia. 92113

E-mail addresses: kurnia.makmur@uin-alauddin.ac.id

Kata kunci

Logam berat
Metode GFA AAS
Timbal (Pb)

Diajukan: 13 Juni 2022

Ditinjau: 30 Juni 2022

Diterima: 1 Agustus 2022

Diterbitkan: 30 Agustus 2022

Cara Sitasi:

A.R.B.Z. Wahab., K. Makmur., A. Fakhruddin, "Analisis deteksi logam berat (Pb) pada sampel pangan segar asal tumbuhan (PSAT) menggunakan metode GFA AAS", *Filogeni: Jurnal Mahasiswa Biologi*, vol. 2, no. 2, pp. 47-52, 2022.

Abstrak

Logam berat adalah komponen alami yang terdapat di lapisan kulit bumi dan sulit didegradasi dan merupakan zat berbahaya. Timbal (Pb) adalah salah satu logam berat yang bersifat toksik yang berpotensi sebagai pemicu keracunan atau bahkan dalam waktu lama akan menyebabkan kematian, karena mampu merusak jaringan dalam tubuh makhluk hidup. Penanggulangan sumber pangan dalam kontaminasi Pb salah satunya dilakukan analisis deteksi logam berat dengan metode GFA AAS. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui mengetahui prinsip dan prosedur analisis deteksi logam berat Pb pada sampel PSAT menggunakan metode GFA AAS di Balai Besar Karantina Pertanian Makassar. Pada penelitian ini dilakukan pengujian tiga sampel PSAT impor dari tiga negara berbeda yaitu bawang putih asal China, porang asal Malaysia dan gandum asal Pakistan. Berdasarkan hasil riset yang telah dilaksanakan diketahui bahwa analisis deteksi logam berat Pb dari ketiga sampel PSAT tidak terdeteksi dan berada di bawah ambang batas yang telah ditetapkan oleh BPOM sehingga ketiga sampel tersebut dinyatakan tidak mengandung logam berat timbal (Pb).

Copyright © 2022. The authors. This is an open access article under the CC BY-SA license

1. Pendahuluan

Pangan yang dikonsumsi sehari-hari merupakan hasil bidang pertanian. Bahan pangan yang baik yaitu telah memenuhi kriteria ASUH (Aman, Sehat, Utuh dan Halal) yang berpengaruh langsung terhadap kesehatan masyarakat dan perkembangan sosial. Makanan dengan mutu baik serta aman diperlukan untuk meningkatkan kesehatan, kesejahteraan individu dan kemakmuran masyarakat [1]. Salah satu sumber pangan yang mengandung banyak vitamin dan mineral yaitu bersumber dari sayuran, yang secara langsung berperan meningkatkan kesehatan [2]. Oleh karena itu, diperlukan sayuran yang memiliki higienitas dan keamanan untuk dikonsumsi dan disebarluaskan baik itu diekspor maupun diimpor yang menjadi sangat penting agar tidak menimbulkan gangguan kesehatan. Namun, hingga saat ini sayuran yang beredar di masyarakat masih banyak yang tidak aman dan diduga tercemar logam berat seperti timbal (Pb) [3]. Sumber kontaminasi logam berat dapat melalui pencemaran udara dan pencemaran limbah. Pencemaran lewat udara berasal dari asap buangan kendaraan bermotor dan pencemaran limbah berasal dari limbah pabrik ataupun pertanian [4].

Dalam melaksanakan tugas pokok tersebut bidang karantina tumbuhan Balai Besar Karantina Pertanian (BBKP) Makassar melaksanakan fungsi yaitu pelaksanaan pemeriksaan, pengasingan, pengamatan, perlakuan, penahanan, penolakan, pemusnahan dan pembebasan media pembawa Organisme Pengganggu Tumbuhan Karantina (OPTK); pelaksanaan pemantauan daerah sebar OPTK; pelaksanaan pembuatan koleksi OPTK;

pelaksanaan pengawasan keamanan hayati nabati; pengelolaan sistem informasi, dokumentasi dan sarana teknik karantina tumbuhan, pelaksanaan pengawasan dan penindakan pelanggaran peraturan perundang-undangan di bidang karantina tumbuhan dan keamanan hayati nabati. Selain itu, pelaksanaan kegiatan operasional karantina tumbuhan dan pengawasan keamanan hayati nabati. Kegiatan operasional tersebut meliputi kegiatan pelayanan sertifikasi kesehatan terhadap media OPTK diekspor, diimpor dan diantarareakan (domestik masuk dan domestik keluar), dan pengawasan keamanan pangan segar asal tumbuhan (PSAT) terhadap PSAT yang diekspor/diimpor melalui pelabuhan laut, bandar udara dan kantor pos.

Pelayanan karantina tumbuhan BBKP Makassar telah dilengkapi laboratorium karantina tumbuhan terakreditasi dan secara konsisten menerapkan sistem manajemen mutu berdasarkan SNI ISO/IEC 17025:2008. Laboratorium karantina tumbuhan dilengkapi laboratorium entomologi, laboratorium gulma, laboratorium mikologi, laboratorium bakteriologi, laboratorium virologi dan molekuler, laboratorium nematologi, dan laboratorium keamanan hayati nabati (KT) dengan kompetensi pengujian terhadap OPTK, yaitu pengujian cendawan, nematoda, serangga, *mealybug*, *mite*, bakteri, virus dan gulma dengan metode pengujian yang meliputi antara lain: *direct inspection*, *blotter test*, *diagnostic agar*, serologi dan metode *Polymerase Chain Reaction* (PCR).

Untuk pengujian kesehatan PSAT, laboratorium karantina tumbuhan BBKP Makassar telah memiliki laboratorium PSAT. Laboratorium PSAT mampu melakukan pengujian terhadap residu pestisida dan logam berat pada PSAT yang diimpor melalui BBKP Makassar, dengan didukung peralatan-peralatan dalam rangka pengujian keamanan pangan yaitu: LCMS/MS (*Liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry*), AAS (*Atomic Absorption Spectrofotometry*) dan GC-MS (*Gas Chromatography-Mass Spectrofotometry*).

Atomic Absorption Spectrofotometry (AAS) telah lama diketahui yaitu sejak abad ke-19 dan teknik ini sebagian besar telah dikembangkan selama tahun 1950-an oleh Alan Walsh dan tim ahli kimia Australia yang bekerja di Divisi Fisika Kimia *Commonwealth Science and Industry Research Organization* (CSIRO) di Melbourne, Australia [5]. Dalam kimia analitik, AAS merupakan teknik yang sebagian besarnya digunakan untuk menentukan konsentrasi elemen logam-logam tertentu dalam suatu sampel [6]. AAS dapat digunakan untuk menganalisis konsentrasi lebih dari 62 jenis logam berbeda dalam suatu larutan. Biasanya, teknik ini menggunakan nyala api untuk mengatomisasi sampel, atau juga biasanya menggunakan alat penyemprot lainnya, seperti tungku grafit [7].

Upaya untuk mencegah penyebaran impor dan ekspor bahan PSAT yang telah tercemar logam-logam berat maka perlu dilakukan pengujian logam berat di laboratorium keamanan hayati nabati (KT) Balai Besar Karantina Pertanian Makassar, salah satunya yaitu dengan menggunakan metode *Grafit Furnace Atomization* (GFA) dan *Atomic Absorption Spectrofotometry* (AAS). Berdasarkan hal tersebut penelitian ini dilakukan guna untuk mengetahui prinsip dan prosedur analisis deteksi logam berat timbal (Pb) pada sampel pangan segar asal tumbuhan (PSAT) menggunakan metode *Grafit Furnace Atomization* (GFA) dan *Atomic Absorption Spectrofotometry* (AAS) di BBKP Makassar.

2. Metode Penelitian

Penelitian ini merupakan penelitian kuantitatif bersifat komparatif dengan mengumpulkan data menggunakan instrumen yang bersifat mengukur. Penelitian ini dilakukan selama dua hari pada bulan Januari 2022 di Laboratorium Keamanan Hayati Nabati (KT) Balai Besar Karantina Pertanian Makassar. Sampel dalam penelitian ini yaitu Pangan Segar Asal Tumbuhan (PSAT) hasil impor.

Instrumentasi pengujian. Bahan dan peralatan yang digunakan dalam penelitian adalah baku pembanding (Pb) 1000 ug/L bersertifikat, bawang putih asal China, porang asal Malaysia, gandum asal Pakistan, asam nitrat HNO₃(p), hidrogen peroksida H₂O₂(p), seperangkat alat GFA AAS, *Biology Safety Cabinet* (BSC), microwave, labu ukur 1000 ml, labu ukur 100 ml, labu ukur polipropilen 50 ml, labu ukur polipropilen 25 ml, *micropipette*, corong polipropilen, kertas saring dan *handscoon*.

Pembuatan pereaksi HNO₃ 0.1%. Pertama-tama dimasukkan ± 500 ml air bebas ion dalam labu ukur 1000 ml, kemudian ditambahkan 7 ml HNO₃(p), lalu ditambahkan air bebas ion sampai tanda tera dan dihomogenkan.

Pembuatan larutan matrix modifier 5%. Pertama-tama ditimbang Mg(NO₃)₂ sebanyak 5 gram, kemudian ditimbang NH₄H₂PO₄ sebanyak 5 gram, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, selanjutnya ditambahkan 3,85 ml HNO₃(p), dan diencerkan dengan air bebas ion sampai dengan tanda tera dan dihomogenkan.

Ekstraksi sampel. Pertama-tama ditimbang 0,5 gram sampel yang telah dihaluskan ke dalam *vessel*, kemudian ditambahkan 6 ml HNO₃(p), lalu ditambahkan 6 ml H₂O₂(p), selanjutnya diekstraksi dengan *microwave* dengan *setting* E = 1000 w, t₁ = 10', t₂ = 15', T = 160°C, kemudian dikeluarkan *vessel* berisi sampel, biarkan dingin sampai mencapai suhu kamar, lalu dimasukkan 1 ml *matrix modifier* ke dalam labu ukur 25 ml, selanjutnya dimasukkan sampel ke dalam labu ukur 25 ml secara kuantitatif, kemudian ditambahkan air bebas ion sampai tanda tera dan dihomogenkan, serta dilakukan pengukuran dengan GFA AAS.

Interpretasi hasil. Kandungan residu logam berat Pb diketahui dari adanya konsentrasi sampel yang mengandung residu logam berat Pb setelah pengukuran menggunakan GFA AAS. Data yang telah diperoleh dari hasil analisis akan diolah kemudian disajikan dalam bentuk tabel dan grafik kemudian dibahas sesuai dengan hasil yang ditemukan.

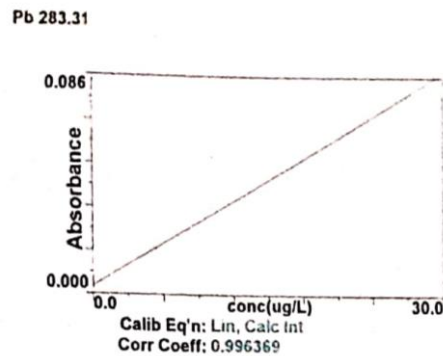
3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Penelitian

Analisis logam timbal (Pb) pada sampel dengan menggunakan *Grafit Furnace Atomitacion* (GFA) dan *Atomic Absorption Spectrofotometry* (AAS) merupakan metode yang sangat tepat untuk menganalisis zat pada konsentrasi yang rendah dan teknik ini yang paling umum untuk digunakan dalam menganalisis suatu unsur kimia [6]. Sebelum dilakukan analisis sampel, dilakukan pengukuran absorbansi larutan standar Pb. Hasil pengukuran ditunjukkan pada Tabel 1 dan Gambar 1.

Tabel 1. Data absorbansi larutan standar timbal (Pb)

| Sampel ID | Konsentrasi (µg/L) | Absorbansi |
|---------------------|--------------------|------------|
| Blanko | 0 | 0.0000 |
| Kalibrasi standar 2 | 1 | 0.0062 |
| Kalibrasi standar 3 | 5 | 0.0164 |
| Kalibrasi standar 4 | 10 | 0.0359 |
| Kalibrasi standar 7 | 30 | 0.0859 |



Gambar 1. Grafik kalibrasi larutan standar timbal (Pb)
 Hasil analisis kandungan logam Pb pada sampel ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisis logam timbal (Pb)

| Sample ID | Seq No | Samp Conc (µg/L) | STD Conc (µg/L) | Kadar Maksimum Menurut BPOM (µg/L) |
|------------|--------|------------------|-----------------|------------------------------------|
| Blanko | 1 | ttd | ttd | |
| CP BLK | 2 | ttd | ttd | |
| CP GW | 3 | ttd | ttd | |
| CP BLK T | 4 | ttd | ttd | |
| CP MRS T | 5 | ttd | ttd | |
| UP MRS | 6 | ttd | ttd | 0.1-10 |
| UP GW | 7 | ttd | ttd | |
| BP 2067 | 8 | ttd | ttd | |
| BP 2274 | 9 | ttd | ttd | |
| GND R.0638 | 10 | ttd | ttd | |
| GND R.0672 | 11 | ttd | ttd | |

Ket: ttd: tidak terdeteksi

3.2 Pembahasan

Metode GFA AAS menggunakan sampel harus dalam bentuk larutan yang bertujuan untuk memecahkan ikatan Pb dengan unsur logam lainnya serta membutuhkan penggunaan larutan berupa $\text{HNO}_3(\text{p})$ dan larutan $\text{H}_2\text{O}_2(\text{p})$ yang berfungsi sebagai destruktur atau pelarut dan digunakan apabila terdapat bahan organik yang sulit untuk dihancurkan. Penambahan larutan $\text{HNO}_3(\text{p})$ berfungsi untuk memutuskan ikatan senyawa kompleks organologam sedangkan larutan $\text{H}_2\text{O}_2(\text{p})$ berfungsi sebagai agen pengoksidasi yang dapat menyempurnakan suatu reaksi dan tidak akan meninggalkan sisa padatan organik [7].

Sampel berupa bawang putih, porang dan gandum yang akan diimpor atau diekspor harus terlebih dahulu diuji kandungan kimianya. Penentuan kandungan logam Pb pada sampel dilakukan pada panjang gelombang 283,31 nm. Panjang gelombang tersebut termasuk panjang gelombang yang paling efektif dan paling kuat dalam menyerap energi untuk transisi elektronik dari tingkat dasar ke tingkat eksitasi [8]. Sehingga apabila atom yang berada pada tingkat dasar diberi energi yang sesuai, maka energi tersebut akan diserap dan atom akan tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi. Jika atom tidak stabil maka atom akan kembali ke tingkat energi dasar dengan cara melepaskan sejumlah energinya ke dalam bentuk sinar dengan panjang gelombang optimum yaitu 283,31 nm untuk Pb [9].

Instrumen dikalibrasi menggunakan beberapa larutan yang diketahui konsentrasinya. Absorbansi dari setiap larutan yang diketahui, diukur dan kemudian diperoleh kurva kalibrasi konsentrasi vs absorbansi diplot [10]. Larutan sampel dimasukkan ke dalam

instrumen, dan absorbansi unsur dalam larutan ini diukur. Konsentrasi unsur yang tidak diketahui kemudian dihitung dari kurva kalibrasi [6].

Teknik analisis spektrometri yang digunakan ialah metode kurva kalibrasi. Metode ini diperoleh hasilnya dengan cara dibuatkan larutan standar dengan berbagai konsentrasi setidaknya tiga konsentrasi yang berbeda. Kemudian, absorbansi larutan standar tersebut diukur dengan menggunakan GFA AAS. Kemudian, dibuat grafik antara konsentrasi (C) dan absorbansi (A) yang akan membentuk garis lurus melewati titik nol, dengan nilai $slope = \epsilon \cdot B$ atau $slope = a \cdot b$ [11 & 12]. Konsentrasi dalam larutan sampel diukur kemudian dimasukkan ke dalam kurva kalibrasi atau dengan kata lain dimasukkan ke dalam persamaan regresi linear pada kurva kalibrasi. Adapun kurva atau grafik larutan standar kalibrasi Pb yang dimaksud dapat dilihat pada Gambar 1.

Berdasarkan grafik yang ditunjukkan pada Gambar 1. terlihat bahwa kurva kalibrasi Pb mempunyai persamaan regresi linear $y = ax + b$ yaitu: a ($slope$) = 0,00281; b ($intercept$) = 0,00302; r ($correlation\ coefficient$) = 0,996369 dengan panjang gelombang sebesar 283,31 nm. Besarnya hubungan antara x dan y adalah 0,996369 yang artinya bahwa antara variabel x dan variabel y memiliki hubungan yang saling berpengaruh. Maka, persamaan regresi ini akan digunakan untuk menentukan konsentrasi Pb pada sampel bawang putih, porang dan gandum.

Berdasarkan hasil analisis yang tercantum dalam Tabel 2. terlihat bahwa logam Pb dalam sampel menunjukkan tidak terdeteksi atau dapat dikatakan bahwa kandungan Pb berada di bawah limit deteksi alat GFA AAS. Semua hasil analisis sampel Pb menunjukkan tidak terdeteksi maka dapat dibuktikan bahwa tempat pengambilan sekaligus tempat penanaman dan pemanenan bawang putih asal China, porang asal Malaysia dan gandum asal Pakistan tidak terkontaminasi oleh logam berat Pb serta aman dikonsumsi bagi kesehatan [10 & 13]. Hasil analisis berdasarkan kadar maksimum Pb berada di bawah nilai ambang batas yang telah ditetapkan oleh Dirjen BPOM berdasarkan aturan BPOM No. 03725/B/SK/VII/89 tentang batas maksimum cemaran logam dalam produk pangan maka dari itu sampel pangan segar asal tumbuhan (PSAT) tersebut dapat diimpor dan diekspor [14 & 15].

4. Kesimpulan

Hasil penelitian uji analisis deteksi logam berat timbal (Pb) pada Sampel Pangan Segar Asal Tumbuhan (PSAT) menggunakan metode *Grafit Furnace Atomitiation* (GFA) dan *Atomic Absorption Spectrofotometry* (AAS) diperoleh hasil yaitu konsentrasi Pb pada bawang putih asal China, porang asal Malaysia dan gandum asal Pakistan tidak terdeteksi sehingga menandakan bahwa sampel tidak mengandung logam berat Pb. Analisis menggunakan GFA AAS berada di bawah ambang batas yang telah ditetapkan oleh BPOM sehingga aman dikonsumsi dan diimpor/diekspor.

Daftar Pustaka

- [1] R. Adhani, & Husaini, *Logam Berat Sekitar Manusia*. Banjarmasin: Lambung Mangkurat University Press, 2017.
- [2] R. Wicaksana, A. Setiawan, S.B. Yuwono, and S. Bakri, "Identifikasi Kandungan Logam Timbal (Pb) Pada Buah Nangka (*Artocarpus heterophyllus*) di Media Jalan Kota Bandar Lampung," *Jurnal Penelitian Pertanian Terapan.*, vol. 18 no. 2, pp. 64-72, 2018.
- [3] Widaningrum, Miskiyah, and Suismono, "Bahaya Kontaminasi Logam Berat Dalam Sayuran dan Alternatif Pencegahan Cemarannya," *Buletin Teknologi Pascapanen Pertanian.*, vol. 3, pp. 16-27, 2007.
- [4] D. Muziansyah, R. Sulistyorini., and S. Sebayang, "Model Emisi Gas Buangan Kendaraan Bermotor Akibat AKtivitas Transportasi (Studi Kasus: Terminal Pasar Bawah Ramayana Kota Bandar Lampung)

- Terminal Pasar Bawah Ramayana Kota Bandar Lampung," *Jurnal Penelitian Pertanian Terapan.*, vol. 3 no. 1, pp. 57-70, 2015.
- [5] H. Sumar., A. Kadarohman., and A.A. Sumarna, *Kimia Analitik Instrumen Edisi Kesatu*. Semarang: IKIP, Semarang Press, 2011.
- [6] R. Garcia and A.P. Baez, *Atomic Absorption Spectrometry (AAS), Atomic Absorption Spectroscopy*, Dr. Muhammad Akhyar Farrukh (Ed.). Mexico: Ciudad Universitaria, 2012.
- [7] A. Titin, "Kontaminasi Logam Berat Pada Makanan dan Dampaknya Pada Kesehatan," *Teknubuga*, vol. 2 no. 2, pp. 53-65, 2010.
- [8] E.A. Wulandari and Sukei, "Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rambut Laut Merah (*Eucheuma cottonii*)," *Jurnal Sains dan Seni Pomits.*, vol. 2, no. 2, pp. 15-17, 2013.
- [9] B. Arman and N. Fatimah, "Pengaruh Umur Eceng Gondok (*Eichernia crassipes*) dan Genjer (*Limnocharius flava*) Terhadap Penyerapan Logam Pb, Cd dan Cu dalam Ember Perlakuan dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom," *Jurnal Fermasains*, vol 1 no 2, pp. 60-70, 2010.
- [10] Herni, "Analisis Cemaran Logam Berat Seng (Zn) dan Timbal (Pb) Pada Tiram Bakau (*Crassostrea cucullata*) Asal Kabupaten Takalar dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)," Skripsi. Fakultas Ilmu Kesehatan UIN Alauddin Makassar, 2011.
- [11] D.A. Lubis, I. Said, and Suherman, "Akumulasi Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu) Pada Ikan Kuniran (*Upeneus sulphureus*) di Perairan Estuaria Teluk Palu," *Jurnal Akademia Kimia.*, vol. 3, no. 2, pp. 66-72, 2014.
- [12] T.U. Marjuki, "Penentuan Kandungan Logam Timbal (Pb) Pada Rambut Anak Jalanan di Daerah Malioboro Jogjakarta dengan Menggunakan *Graphite Furnace Absorption Spectrofotometry* (GFAAS)," Skripsi. Jurusan Ilmu Kimia Universitas Islam Indonesia Yogyakarta, 2005.
- [13] E. N. Hidayati, M. Alahudin, and A.T. Prasetya, "Perbandingan Metode Destruksi Pada Analisa Pb dalam Rambut dengan AAS," *Indo J. Chem. Sci.*, vol. 3, no. 1, pp. 89-96, 2017.
- [14] T.S. Maksun, "Kandungan Cadmium dan Timbal Buah Mangrove *Bruguiera gymnorrhiza*, *Avicennia alba* dan *Sonneratia caseolaris* Dari Muara Sungai Mati," *Jurnal Cakra Kimia.*, vol. 3, no. 3, pp. 84-88, 2013.
- [15] BPOM, *Mengenal Logam Beracun*. Jakarta: Badan Pengawasan Obat dan Makanan RI, 2010.