

**PENETAPAN KADAR CEMARAN LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) DAN KADMIUM (Cd)
DALAM CONTOH MAKANAN SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM
TUNGKU KARBON (GRAPHITE FURNACE ATOMIZER AAS/GFA-AAS)**

**DETERMINATION OF CONTAMINATION LEVELS OF HEAVY METALS LEAD (Pb)
AND CADMIUM (Cd) IN FOOD SAMPLES BY CARBON ATOMIC ABSORPTION
SPECTROPHOTOMETRY (GRAPHITE FURNACE ATOMIZER AAS/GF-AAS)**

Dwina Putri Oktavia*, Aman Sentosa Panggabean, Subur P. Pasaribu, Nanang Tri Widodo
Departement of Chemistry, Faculty of Mathematics and Natural Science, Mulawarman University,
Samarinda 76116 Indonesia Jalan Barong Tongkok No. 4 Kampus Gunung Kelua Samarinda, Kalimantan Timur
*Corresponding Author: dwina.putrie@gmail.com

Diterbitkan: 30 Oktober 2023

ABSTRACT

Research on the determination of lead (Pb) and cadmium (Cd) heavy metal contamination levels using the GFA-AAS method has been carried out in food samples. The aim of this study was to determine the levels of lead (Pb) and cadmium (Cd) metal contamination so that they do not exceed the threshold limit set according to the Food and Drug Supervisory Agency Regulation No. 9 of 2022. The research was carried out by destroying the sample using $\text{HNO}_{3(p)}$ and $\text{H}_2\text{O}_{2(p)}$ into *microwave*. Additions were made of matrix *modifiers* (mixture of $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ in 0,5% HNO_3 and 1% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ in 0,5% HNO_3 (1:1)). Determination of heavy metal content in food was determined by the Carbon Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry (GFA-AAS) method with a wavelength of 283.3 nm for lead (Pb) and 228.8 nm for cadmium (Cd). The results of measuring the levels of heavy metal lead (Pb) contamination in food samples were 0,016 mg/kg and 0,015 mg/kg for the heavy metal cadmium (Cd). Based on the Regulation of the Food and Drug Supervisory Agency No 9 of 2022 concerning Requirements for Heavy Metal Contamination in Processed Foods, the maximum limit for metal contamination of lead (Pb) and cadmium (Cd) in processed food is 0,30 mg/kg, where the results obtained do not exceed threshold, so that the sample is fit for consumption.

Keywords: Lead, Cadmium, Carbon Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry, Food.

ABSTRAK

Penelitian mengenai penetapan kadar cemaran logam berat timbal (Pb) dan kadmium (Cd) menggunakan metode GFA-AAS telah dilakukan dalam contoh makanan. Dilakukannya penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar cemaran logam timbal (Pb) dan kadmium (Cd) agar tidak melewati batas ambang yang telah ditetapkan menurut Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan No 9 Tahun 2022. Penelitian dilakukan dengan mendestruksi sampel menggunakan larutan $\text{HNO}_{3(p)}$ dan $\text{H}_2\text{O}_{2(p)}$ ke dalam *microwave*. Dilakukan penambahan *matrix modifiers* (campuran larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 0,5% HNO_3 dan 1% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dalam 0,5% HNO_3 (1:1)). Penetapan kadar logam berat dalam makanan ditetapkan dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Karbon (GFA-AAS) dengan panjang gelombang pada timbal (Pb) 283,3 nm dan pada kadmium (Cd) 228,8 nm. Hasil pengukuran kadar cemaran logam timbal (Pb) pada sampel makanan yaitu sebesar 0,016 mg/kg dan pada kadmium (Cd) sebesar 0,015 mg/kg. Berdasarkan Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan No 9 Tahun 2022 Tentang Persyaratan Cemaran Logam Berat dalam Pangan Olahan batas maksimal cemaran logam berat timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada pangan olahan sebesar 0,30 mg/kg, dimana hasil yang didapatkan tidak melebihi ambang batas, sehingga sampel layak dikonsumsi.

This is an open-access article under the [CC-BY-SA](#) license.



Kata kunci: Timbal, Kadmium, Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Karbon, Makanan.

PENDAHULUAN

Makanan memiliki peran penting dalam kelangsungan kehidupan manusia. Fungsi dari makanan selain berperan dalam mekanisme pertahanan tubuh terhadap berbagai penyakit, yaitu dapat mengatur metabolisme, keseimbangan air serta mineral [1]. Fungsi makanan dapat menjadi buruk bagi tubuh apabila makanan yang dikonsumsi memiliki kontaminan yang menyebabkan berbagai penyakit. Kontaminan dalam makanan dapat berasal dari penggunaan pestisida, bahan tambahan pangan, organisme patogen serta logam berat. Logam berat merupakan salah satu kontaminan yang berbahaya karena bersifat karsinogenik dalam tubuh manusia [2].

Logam berat merupakan salah satu unsur yang penting dalam menjaga metabolisme tubuh manusia dalam jumlah tertentu. Namun, ada beberapa logam yang tidak mempunyai fungsi sama sekali di dalam tubuh, antara lain timbal (Pb), kadmium (Cd) dan arsenik (As).

Guna menjaga kendali mutu makanan dapat dilakukan pengawasan mutu makanan. Secara umum, pengawasan mutu makanan merupakan kegiatan dengan pengawasan pada proses produksi, pemasaran dan pengolahan suatu produk makanan. Dimana proses tersebut dapat dilakukan pada lingkungan industri makanan serta sistem penyelenggaraan makanan [3].

Berdasarkan hal tersebut, maka dilakukan penentuan kadar logam timbal (Pb) dan kadmium (Cd) dengan Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Karbon. Parameter ini dipilih agar dapat diketahui jumlah kadar cemaran logam timbal (Pb) dan kadmium (Cd) yang terkandung dalam sampel makanan yang diuji sehingga dapat ditentukan kualitas makanan yang diuji apakah sesuai dengan SNI dan peraturan yang berlaku.

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian ini terdiri atas beberapa tahapan, yaitu preparasi sampel makanan, pendestruksian sampel menggunakan metode destruksi basah dan *microwave*, persiapan larutan baku kerja timbal (Pb) dan kadmium (Cd), pembuatan kurva kalibrasi dan penentuan kadar cemaran logam timbal (Pb) dan kadmium (Cd) menggunakan metode spektrofotometri serapan atom tungku karbon.

Alat dan Bahan

Alat

Adapun alat-alat yang digunakan antara lain; blender, gelas kimia, pipet volume, neraca analitik, vessel, *microwave*, seperangkat alat spektrofotometer serapan atom tungku karbon (Shimadzu GFA-7000) dengan lampu katoda berongga timbal (Pb) dan kadmium (Cd).

Bahan

Adapun bahan-bahan yang digunakan antara lain; akuades, larutan HNO_3 0,1N, larutan $\text{H}_2\text{O}_{2(p)}$, larutan $\text{HNO}_{3(p)}$, larutan baku timbal (Pb) 1000 $\mu\text{g/L}$ dan kadmium (Cd) 1000 mg/L , larutan *matriks modifiers* (campuran larutan $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dalam 0,5% HNO_3 dan 1% $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dalam 0,5% HNO_3 (1:1)).

Cara Kerja

Preparasi Sampel

Sampel berupa makanan yang sudah dihomogenkan sebelumnya ditimbang sebesar $\pm 0,5\text{g}$ dan dimasukkan kedalam *vessel*. Ditambahkan 5 mL larutan $\text{HNO}_{3(p)}$ dan 2 mL larutan $\text{H}_2\text{O}_{2(p)}$. Didiamkan selama ± 1 jam. Ditutup kencang *vessel* dan dimasukkan kedalam *microwave* selama ± 1 jam dengan suhu 150°C dan 1200W. Setelah dingin, dipindahkan ke labu ukur 50 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda tera. Dilakukan pada sampel lainnya.

Pembuatan Larutan Baku Standar

Larutan Standar Timbal (Pb) 100 $\mu\text{g/L}$

Dipipet larutan baku timbal (Pb) 1000 $\mu\text{g/L}$ sebanyak 5 mL dalam 50mL untuk membuat larutan standar timbal (Pb) 100 $\mu\text{g/L}$. Ditambahkan larutan HNO_3 0,1N hingga tanda tera. Dihomogenkan menggunakan *vortex*. Didapatkan larutan standar timbal (Pb) 100 $\mu\text{g/L}$.

Larutan Standar Timbal (Pb) 5; 10; 20; 30; 40; 50 $\mu\text{g/L}$

Dipipet larutan standar timbal (Pb) 100 $\mu\text{g/L}$ sebanyak 5; 10; 20; 30; 40; 50 mL dalam 100 mL. Ditambahkan larutan HNO_3 0,1N hingga tanda tera. Dihomogenkan menggunakan *vortex*. Didapatkan larutan standar kerja timbal (Pb) 5; 10; 20; 30; 40; 50 $\mu\text{g/L}$.

Larutan Standar Kadmium (Cd) 10 mg/L

Dipipet larutan baku kadmium (Cd) 1000 mg/L sebanyak 5 mL dalam 50mL untuk membuat larutan standar kadmium (Cd) 100 mg/L . Ditambahkan larutan HNO_3 0,1N hingga

tanda tera. Dihomogenkan menggunakan *vortex*. Didapatkan larutan standar kadmium (Cd) 100 mg/L. Dipipet larutan sebesar 1 mL dalam 100mL untuk membuat larutan standar kadmium (Cd) 10 ppm. Diberi perlakuan yang sama.

Larutan Standar Kadmium (Cd) 0,0005; 0,0010; 0,0020; 0,0030; 0,0050 mg/L

Dipipet larutan standar kadmium (Cd) 10 mg/L sebanyak 5; 10; 20; 30; 40; 50 μ L dalam 100 mL. Ditambahkan larutan HNO₃ 0,1N hingga tanda tera. Dihomogenkan menggunakan *vortex*. Didapatkan larutan standar kerja kadmium (Cd) 0,0005; 0,0010; 0,0020; 0,0030; 0,0050 mg/L.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Diukur masing-masing larutan standar timbal (Pb) dan kadmium (Cd) menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom Tungku Karbon pada panjang gelombang untuk timbal (Pb) 283,3 nm dan untuk kadmium (Cd) 228,8 nm. Dibuat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi, yaitu:

$$y = ax + b(1)$$

dengan a adalah *slope* dan b adalah *intercept*.

Penentuan Kadar Timbal dan Kadmium

Diukur masing-masing sampel dan blanko menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom Tungku Karbon pada panjang gelombang untuk timbal (Pb) 283,3 nm dan untuk kadmium (Cd) 228,8 nm dengan volume injeksi sampel 20 μ L. Konsentrasi logam dalam larutan sampel dihitung berdasarkan persamaan garis regresi dari kurva kalibrasi larutan standar yang telah dibuat. Kemudian dilakukan perhitungan untuk menentukan kadarnya.

$$\text{Kadar analit} = \frac{B \times Fp}{W} \quad (2)$$

Keterangan:

B: Kadar yang terbaca di instrumen (mg/Kg)

W: Berat sampel (g)

Fp: Faktor pengenceran (L)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penentuan kadar logam timbal (Pb) dan kadmium (Cd), sampel yang digunakan merupakan sampel makanan yang diuji dengan dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom Tungku Karbon (GF-AAS). Pada metode ini, secara umum sampel yang sudah berbentuk larutan akan mengalami atomisasi, melewati nyala yang panas sehingga pelarut dari sampel

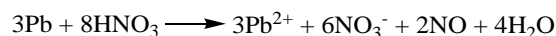
akan menguap meninggalkan logam yang ingin dideteksi. Kemudian akan diserap sinar dari katoda yang sebanding dengan konsentrasi logam sehingga akan terbaca pada *read out*. Konsentrasi logam dalam larutan sampel dihitung berdasarkan persamaan garis regresi dari kurva kalibrasi larutan standar yang telah dibuat. Kemudian dilakukan perhitungan untuk menentukan kadarnya.

Preparasi sampel dilakukan dengan melakukan destruksi basah. Hasil destruksi akan ditampilkan dalam **Gambar 1**, yang menunjukkan sampel telah larut dalam larutan pendestruksi. Destruksi basah dilakukan untuk memutuskan ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Pada destruksi basah, sampel organik akan diuraikan oleh asam pengoksidasi panas atau campuran asam sehingga menghasilkan karbon dioksida, air dan senyawa volatil lainnya. Senyawa anorganik yang terlarut dalam larutan asam kuat yang ditambahkan akan berada dalam bentuk kation logam.



Gambar 1. Sampel yang telah didestruksi dengan larutan HNO_{3(p)} dan larutan H₂O_{2(p)} dengan microwave

Sampel makanan dihomogenkan terlebih dahulu menggunakan blender. Kemudian di destruksi dengan larutan HNO_{3(p)} dan larutan H₂O_{2(p)}. Pada proses ini, larutan asam pekat berfungsi untuk melarutkan analit dan asam nitrat akan memutuskan ikatan antara logam dengan senyawa organik yang masih tersisa. Adapun reaksinya adalah sebagai berikut [4]:



Pada proses analisis menggunakan GF-AAS dilakukan 5 tahapan, yaitu injeksi sampel, tahap pengeringan, pengabuan, atomisasi, pembersihan hingga penurunan suhu. Pada tahap pengeringan dan pengabuan

kemuningkan dapat terjadi penguapan analit dalam sampel akibat dari temperatur pembakaran yang kurang tinggi. Namun, untuk mengurangi terjadinya hal ini, dibutuhkan *matrix modifiers*. *Modifiers* yang ditambahkan pada penetapan kadar timbal dan kadmium adalah campuran larutan $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ dalam 0,5% HNO_3 dan 1% $NH_4H_2PO_4$ dalam 0,5% HNO_3 (1:1). Penambahan ini dilakukan untuk menaikkan suhu pengabuan serta penstabil analit.

Dibuat larutan standar logam agar dapat digunakan untuk membuat persamaan garis regresi linear. Digunakan larutan standar logam Timbal (Pb) dengan konsentrasi 5, 10, 20, 30, 40, 50 $\mu g/L$ dan larutan standar logam kadmium (Cd) dengan konsentrasi 0,0005; 0,0020; 0,0030; 0,0040; 0,0050 mg/L. Dari hasil pengukuran didapatkan masing-masing nilai absorbansi pada larutan standar timbal (Pb) sebesar 0,0128;

0,0332; 0,0686; 0,1121; 0,1736; 0,1933 serta pada larutan standar kadmium (Cd) sebesar 0,1414; 0,5331; 0,8438; 0,9984; 1,1858. Dari hasil tersebut, dibuat grafik kurva kalibrasi dan didapatkan persamaan garis linear larutan standar timbal (Pb) yaitu:

$$y = 0,0042x - 0,0099 \quad (3)$$

dengan koefisien regresi linear X terhadap Y sebesar: $R^2 = 0,9877$. Sedangkan pada larutan standar kadmium diperoleh garis linear larutan standar yaitu:

$$y = 233,91x + 0,0622 \quad (4)$$

dengan koefisien regresi linear X terhadap Y sebesar: $R^2 = 0,9853$.

Didapatkan hasil penentuan kadar logam berat timbal dan kadmium yang disajikan pada **Tabel 1** dan **Tabel 2**.

Tabel 1. Data Penentuan Kadar Logam Timbal pada Sampel Makanan

Timbal	Absorbansi	Konsentrasi ($\mu g/L$)	Rata-Rata Konsentrasi ($\mu g/L$)
Blanko	0,0310 0,0070	- -	0,0019
Sampel	-0,0162 -0,0173	-1,5030 -1,7642	-1,6336

Tabel 2. Data Penentuan Kadar Logam Kadmium pada Sampel Makanan

Kadmium	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Rata-Rata Konsentrasi (mg/L)
Blanko	0,0194 0,0150	- -	0,0194
Sampel	-0,0001 -0,002	0,0276 0,0236	0,0256

Dari hasil penentuan kadar logam timbal (Pb) dalam sampel makanan didapatkan hasil pengukuran sampel konsentrasi sebesar $-1,633 \mu g/L$. Dari hasil pembacaan, diperoleh hasil yang negatif diakibatkan kadar logam timbal yang terkandung dalam sampel sangat kecil sehingga didapatkan hasil tidak terdeteksi. Pada hasil pembacaan hasil penentuan kadar logam kadmium (Cd) dalam sampel makanan yang sama didapatkan hasil pengukuran konsentrasi sampel sebesar $0,0256 \text{ mg/L}$. Dilakukan perhitungan untuk menentukan kadar cemaran logam berat yang berada pada sampel makanan. Pada penentuan kadar logam berat timbal (Pb), didapatkan kadar logam pada sampel makanan sebesar $0,016 \text{ mg/kg}$ dan pada penentuan kadar logam berat kadmium (Cd) didapatkan kadar logam pada sampel makanan

sebesar $0,015 \text{ mg/kg}$. Menurut Peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan No 9 Tahun 2022 Tentang Persyaratan Cemaran Logam Berat dalam Pangan Olahan untuk batas maksimal cemaran logam berat timbal (Pb) pada pangan olahan ikan sebesar $0,30 \text{ mg/kg}$ dan pada logam berat kadmium (Cd) sebesar $0,30 \text{ mg/kg}$ yang dimana hasil yang didapatkan tidak melebihi batas maksimal sehingga sampel layak dikonsumsi.

KESIMPULAN

Berdasarkan penentuan kadar logam berat timbal (Pb) didapatkan kadar logam pada sampel makanan sebesar $0,016 \text{ mg/kg}$ dan pada penentuan kadar logam berat kadmium (Cd) didapatkan kadar logam pada sampel makanan sebesar $0,015 \text{ mg/kg}$. Menurut Peraturan Badan

Pengawas Obat dan Makanan No 9 Tahun 2022 Tentang Persyaratan Cemaran Logam Berat dalam Pangan Olahan hasil yang didapatkan tidak melebihi batas maksimal sehingga sampel layak dikonsumsi.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada dosen-dosen Kimia FMIPA Universitas Mulawarman, terkhusus kepada dosen pembimbing I, dosen pembimbing II, dosen pembimbing PKL serta semua pihak yang membantu dalam penulisan ini.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Notoatmodjo. (2005). *Metodologi Penelitian Kesehatan*. Jakarta: Rineka Cipta.
- [2] Dewi, E. R. (2022). Analisis Cemaran Logam Berat Arsen, Timbal, dan Merkuri pada Makanan di Wilayah Kota Surabaya dan Kabupaten Sidoarjo Jawa Timur. *Ilmu Kesehatan Masyarakat*, 18(1), 1-9.

- [3] Widyanto, R. M. (2017). *Pengawasan Mutu Makanan*. Malang: Universitas Brawijaya Press.
- [4] Agustina, T. (2014). Kontaminasi Logam Berat pada Makanan dan Dampaknya pada Kesehatan. *Teknobuha*, 1(1), 53-65.