

IDENTIFIKASI CEMARAN TIMBAL PADA WORTEL (*Daucus carota* L.) ORGANIK DAN ANORGANIK DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

Ani Puji Lestari, Pri Iswati Utami, Wiranti Sri Rahayu

Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Purwokerto
Jl. Raya Dukuwaluh Purwokerto 53182 PO. Box 202

ABSTRAK

Telah dilakukan uji cemaran logam timbal (Pb) pada wortel organik dan wortel anorganik. Analisis dilakukan dengan alat spektrofotometer serapan atom (SSA) pada panjanggelombang 283,3 nm. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui kualitas wortel organik dan wortel anorganik ditinjau dari cemaran logam timbal (Pb). Sampel wortel organik dan anorganik diambil dari salah satu toko sayur di Purwokerto. Preparasi sampel dilakukan dengan cara destruksi basah.

Hasil validasi metode analisis yang telah dilakukan meliputi uji akurasi, uji presisi dan uji linearitas dengan persamaan kurva baku $Y = 0,550 x - 0,013$, dengan hasil batas deteksi dan batas kuantitasnya sebesar 0,327 ppm dan 1,09 ppm. Dari hasil analisis, adanya Pb pada sampel wortel organik dan anorganik yang diuji tidak terdeteksi.

Kata Kunci: Uji cemaran timbal, spektrofotometri serapan atom (SSA), wortel organik dan Anorganik

ABSTRACT

A research experiment of lead (Pb) on organic and inorganic carrots, has been done. Analysis was performed by atomic absorption spectrophotometer (AAS) at wavelength 283.3 nm. Inorganic and organic carrot samples taken from one grocery store in Purwokerto. Sample preparation was done by wet destruction.

The validation method of analysis has been carried out including the testing of accuracy, precision test and linearity test with the equation of regression $Y = 0.550 x - 0.013$, with the limit of detection and limit quantitation of 0.327 ppm and 1.09 ppm. The result of Pb analysis in the inorganic and organic carrot samples is undetect.

Keywords: Pb determination, atomic absorption spectrophotometry (AAS), inorganic and organic carrots

PENDAHULUAN

Salah satu tanaman yang banyak mengandung vitamin adalah wortel (*Daucus carota* L.). Wortel masih banyak digunakan oleh masyarakat sebagai

campuran sayur dalam sop, jus atau makanan lain. Selain memiliki warna yang menarik wortel juga memiliki kandungan beta karoten maka tubuh akan membentuk vitamin A sesuai yang

diperlukan tubuh sehingga menyantap wortel menjadikan cara yang aman untuk memperoleh vitamin A.

Dewasa ini telah banyak beredar wortel organik dan wortel anorganik. Kualitas wortel tak lepas dari berbagai pengaruh seperti kondisi lingkungan yang menjadikan layak atau tidaknya wortel tersebut untuk dapat dikonsumsi. Dapat dilihat dari cemaran logam yang mungkin ada dalam wortel tersebut. Cemaran yang mungkin ada adalah Pb (Plumbum) atau yang sering disebut timbal. Cemaran ini dapat terjadi karena penggunaan insektisida, cemaran dari gas emisi kendaraan bermotor di lahan penanaman atau saat pendistribusian, air yang tercemar oleh logam yang mengalir pada lahan dan cara penyimpanan.

Dalam penelitian ini akan ditentukan analisis logam Pb, pada tanaman wortel (*Daucus carota* L.) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Digunakan spektrofotometer serapan atom dalam analisis ini, karena instrument tersebut mempunyai kelebihan antara lain tidak memerlukan pengompleks, mempunyai ketelitian tinggi dan hampir semua logam dapat

dianalisis dengan spektrometer serapan atom (Darmono, 1995).

Batas maksimum cemaran logam dalam makanan telah diatur oleh pemerintah melalui Keputusan Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan No. 03725/B/SK/VII/89 tentang Batas Maksimum Cemaran Logam Dalam Makanan. Logam-logam tersebut adalah: arsen, timbal, tembaga, seng, timah dan merkuri (Sinaga, 2004). Untuk batas maksimum cemaran logam Pb adalah 2 ppm. Sedangkan menurut SNI No. 7387:2009 batas maksimum cemaran logam Pb buah dan sayur (termasuk jamur, umbi, kacang, dan kacang kedelai, dan lidah buaya), rumput laut dan biji-bijian, buah dan sayur serta hasil olahannya adalah 0,5 mg/Kg (Anonim, 2009).

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Seperangkat alat SSA merk Perkin-Elmer 5100 PC, Alat-alat gelas, Kertas saring dan kertas saring whatman no. 42, Pemanas listrik

Bahan

Wortel berlabel organik dan wortel anorganik, Larutan standar Pb (NO₃)₂ (p.a)

Merck konsentrasi 1000 ppm , HNO₃ (p.a) Merck, HCl (p.a) Merck, Aquabidestilata Otsuka

Cara Kerja

Pengambilan Sampel

Sampel diambil dari satu tempat penjualan sayur, yaitu Toko sayur dan buah yang beralamat di komplek ruko Jl. Dr. Angka Purwokerto.

Preparasi Sempel Dengan Metode Destruksi Basah

Sampel wortel organik dan anorganik dipotong kecil-kecil menggunakan pisau stainless steel. Menimbang seksama 10 gram wortel, kemudian dimasukkan dalam gelas beker dan ditambahkan 10 ml aquabides, 25 ml asam klorida dan 10 ml asam nitrat. Dipanaskan hingga cairan menjadi jernih. Disaring dengan kertas saring whatman no 42. Mengambil 10 ml larutan dimasukkan kedalam labu ukur 50 ml, kemudian ditambahkan aquabides hingga tanda batas.

Penyiapan Larutan Baku Timbal Pb (NO₃)₂ 10 ppm

Dilakukan dengan cara mengencerkan terhadap larutan baku Pb(NO₃)₂. Larutan baku Pb(NO₃)₂ 1000 ppm diambil

sebanyak 1 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, tambahkan akuabidestilata sampai tanda batas sehingga didapat larutan baku Pb(NO₃)₂ 10 ppm. Larutan baku Pb(NO₃)₂ 10 ppm kemudian di gunakan untuk membuat seri konsentrasi.

Pembuatan Seri Konsentrasi

Larutan baku Pb(NO₃)₂ 10 ppm diambil 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 dan 5,0 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. Diencerkan dengan akuabidestilata sampai batas maka didapat larutan baku Pb(NO₃)₂ untuk kurva baku 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 dan 5,0 ppm, yang setara dengan larutan baku Pb 0,62; 1,25; 1,87; 2,50; 3,13 ppm seperti yang ditampilkan pada Lampiran 2. Dari data serapan, selanjutnya dihitung persamaan kurva baku sehingga diperoleh persamaan garis $y = b x + a$.

Penetapan Kadar Pb

Larutan uji dari hasil destruksi basah diukur serapannya pada alat SSA. Larutan uji diaspirasikan pada alat SSA dimana prosedur kerjanya meliputi :

Validasi metode analisis

Uji Linearitas

Uji linearitas dilakukan dengan cara larutan baku Pb dengan seri kadar 0,63; 1,25; 1,87; 2,50; dan 3,13 ppm diaspirasikan pada alat SSA. Hasil serapan yang diperoleh dibuat persamaan kurva baku digunakan untuk menghitung nilai regresi, koefisien kolerasi, intersep dan slope (kemiringan).

Uji presisi alat

Larutan baku $Pb(NO_3)_2$ dengan kadar 2 ppm diaspirasikan pada alat SSA sebanyak enam kali (Harmita,2004). Hasil serapan digunakan untuk menghitung serapan rata-rata, *Relative Standard Deviation* (RSD), *Standard Deviation* (SD), dan ketelitian alat.

Uji akurasi metode

Sampel wortel ditimbang secara duplo yakni menimbang sebanyak 2 kali dengan berat 10 gram, satu sampel ditambah dengan baku Pb 6,253 ppm 5 ml kemudian yang lainnya tidak. Kemudian masing-masing sampel dimasukkan dalam Erlenmeyer ditambah 10 ml aquabides, 25 ml asam klorida dan 10 ml asam nitrat. Dipanaskan hingga cairan menjadi bening kekuningan. Kemudian disaring dengan kertas saring whatman no. 45. Mengambil larutan 10

ml kemudian dimasukkan kedalam labu takar 50 ml ditambahkan aquabides hingga tanda batas. Larutan ini dapat diukur terhadap logam Pb dengan SSA. Pekerjaan diulangi sebanyak 3 kali. Sebelum larutan diaspirasikan pada alat SSA larutan disaring kembali dengan kertas whatman no 42.

Hasil serapan digunakan untuk menghitung nilai perolehan kembali (Recovery), dan kesalahan sistematis.

Kesalahan sistematis merupakan tolak ukur inakurasi penetapan kadar. Kesalahan ini dapat terjadi karena kesalahan pengukuran. Nilai kesalahan sistematis diperoleh dengan persamaan: $100\% - P\%$

Keterangan : $P\% =$ Harga perolehan kembali (*recovery*)

Nilai rata-rata perolehan kembali (*recovery*) analit antara 80-120 % (Harmita, 2004:118).

Uji batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ)

Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi larutan standar. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai slope (b) pada persamaan

garis linier $y = bx + a$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual (Sy/x) (Prabowo, 2009).

Analisis Data

Dari data hasil penetapan kadar dalam wortel organik dan anorganik yang diperoleh, diuji secara statistik dengan analisis taraf kepercayaan 95 %. Hal ini digunakan untuk mengetahui perbedaan yang terjadi pada semua sampel wortel. Apabila ada perbedaan yang bermakna maka dilanjutkan dengan uji t.

Kondisi Mesin SSA Perkin-Elmer 5100 PC

Pengaturan kondisi sesuai dengan buku petunjuk pemakaian SSA Perkin-Elmer 5100 PC. Kondisi tersebut dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Kondisi Analisis Alat SSA

| Parameter | Keterangan |
|--------------------------------------|--------------|
| Panjang gelombang | 283,3 Nm |
| Laju alir Asetilen | 2,0 L/menit |
| Laju alir Udara | 10,0 L/menit |
| Kuat arus <i>Hollow cathode lamp</i> | 10,0 μ A |
| Lebar Celah | 0,7 nm |
| Tinggi Burner | 2,0 mm |

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel wortel organik maupun wortel anorganik diambil dari satu tempat yang

sama yaitu toko sayur dan buah di Purwokerto. Menurut Widayanti (2004) kadar logam Pb berdasarkan waktu dan penyimpanan secara signifikan berbeda terhadap kandungan logam Pb pada sampel. Sehingga pengambilan sampel dilakukan pada waktu dan tempat yang sama.

Bahan uji dalam analisis logam berat dengan spektrometri nyala serapan atom (AAFS = *Atomic Absorption Flame Spectrometry*), harus dalam bentuk larutan (cairan) dengan tujuan atomisasi mudah dilakukan dengan memasukkan larutan cuplikan ke dalam nyala gas bakar. Preparasi bahan uji dilakukan dengan metode destruksi basah. Tujuan metode destruksi basah dalam pembuatan larutan uji adalah menghilangkan zat-zat organik yang terdapat dalam sampel.

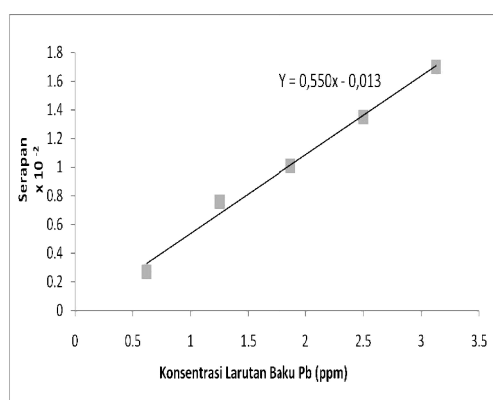
Uji Linearitas

Uji linearitas dilakukan dengan menentukan persamaan garis lurus antara konsentrasi terhadap serapan menggunakan larutan baku Pb dengan seri konsentrasi 0,62; 1,25; 1,87; 2,50; dan 3,13 ppm. Hubungan absorbansi dan kadar (Tabel 2) diperoleh persamaan $Y = 0,550x - 0,013$ dengan nilai $r = 0,995$.

Nilai r hitung sebesar 0,995 lebih besar dari nilai r tabel dengan taraf kepercayaan 99% yaitu 0,959 seperti yang ditampilkan pada Lampiran 6 menunjukkan hubungan yang relatif linear antara absorbansi dan kadar. Dari hasil tersebut maka persamaan $Y = 0,550x - 0,013$ dapat digunakan sebagai dasar perhitungan kadar (sumbu x) dengan memasukkan harga absorbansi terukur (sumbu y). Kurva baku standar dapat dilihat pada Gambar 1.

Tabel 2. Data uji linearitas

| Konsentrasi baku Pb (ppm) | Serapan ($\times 10^{-2}$) |
|---------------------------|------------------------------|
| 0,62 | 0,27 |
| 1,25 | 0,76 |
| 1,87 | 1,01 |
| 2,50 | 1,35 |
| 3,13 | 1,70 |
| Intersept | -0,013 |
| Slope | 0,550 |
| R | 0,995 |



Gambar. 1. Kurva Hubungan Konsentrasi Larutan Baku Pb vs Serapan

Uji Presisi Alat

Uji presisi alat dilakukan menggunakan larutan Pb (NO_3)₂ baku dengan konsentrasi 2 ppm yang diinjeksikan pada alat SSA sebanyak 6 kali aspirasi. Tujuan dari uji ini adalah membuktikan ketelitian suatu metode berdasarkan tingkat keakuratan individual hasil analisis yang ditunjukkan dari harga *Standard Deviation* (SD) dan persen *Relative Standard Deviation* (RSD).

Persen RSD sebesar 1,904 % seperti yang terlihat pada Tabel 3. Nilai tersebut menunjukkan bahwa metode yang digunakan mempunyai nilai ketelitian yang baik sehingga metode ini layak digunakan dalam analisis logam berat Pb. Menurut Harmita (2004), nilai persen RSD yang baik adalah $\leq 2\%$.

Ketelitian alat = $100\% - (SD / \text{Serapan rata-rata})$

Hasil nilai ketelitian alat yang didapatkan mendekati nilai mutlak yaitu sebesar 98,096 %.

Tabel 3. Data uji presisi

| Standar Pb | Serapan ($\times 10^{-2}$) |
|----------------------|------------------------------|
| Aspirasi 1 | 0,64 |
| Aspirasi 2 | 0,64 |
| Aspirasi 3 | 0,65 |
| Aspirasi 4 | 0,62 |
| Aspirasi 5 | 0,62 |
| Aspirasi 6 | 0,63 |
| Absorbansi rata-rata | 0,63 |

| | |
|-------|-------|
| SD | 0,012 |
| RSD % | 1,904 |

Uji Akurasi Metode

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan (Harmita, 2004). Parameter persen *recovery* 80-120%. Dari hasil

perhitungan, diperoleh nilai persen *recovery* yang tidak memenuhi parameter. Sehingga hasil ini kurang menunjukkan kecermatan hasil.

Penetapan persen perolehan kembali dilakukan dengan menggunakan metode penambahan baku. Persen perolehan kembali yang didapat adalah sebesar 131,44; 136,12; 133,20 % seperti yang dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data perolehan kembali

| Ulangan | Sampel wortel anorganik | Serapan (x 10 ⁻²) | Kadar | % Recovery |
|---------|---|-------------------------------|---------|------------|
| I | Sampel wortel (10,0 gram) | 0,00 | 0,023 | 131,44 % |
| | Sampel Wortel + larutan baku Pb 6,253 ppm | 2,26 | 4,132 | |
| II | Sampel wortel (10,0 gram) | 0,00 | 0,023 | 136,12 % |
| | Sampel Wortel + larutan baku Pb 6,253 ppm | 2,34 | 4,278 | |
| III | Sampel wortel (10,0 gram) | 0,00 | 0,023 | 133,20 % |
| | Sampel Wortel + larutan baku Pb 6,253 ppm | 2,29 | 4,187 | |
| SD | | | 2,363 | |
| RSD% | | | 1,769 % | |

Kesalahan sistematis merupakan tolak ukur inakurasi penetapan kadar. Kesalahan ini dapat terjadi karena kesalahan pengukuran. Harga kesalahan sistematis diperoleh dengan persamaan : 100 – P%.

Keterangan : P % = Harga persen perolehan kembali (*recovery*)

Batas Deteksi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis yang diartikan kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

Hasil perhitungan yang terdapat pada Lampiran 3.

Harga absorbansi batas deteksi tersebut dimasukkan dalam persamaan kurva baku standar Pb yaitu $Y = 0,550 x - 0,013$, sehingga didapatkan batas deteksi sebesar 0,327 ppm, sedangkan konsentrasi terendah Pb dalam sampel yang masih bisa terdeteksi dalam penelitian ini adalah 1,09 ppm.

A. Hasil Analisis Cemaran Logam Pb

Hasil analisis cemaran logam Pb pada wortel organik dan wortel anorganik dapat dilihat pada table 5.

Tabel 5. Data hasil uji cemaran logam Pb pada wortel organik dan wortel anorganik

| Sampel | Replikasi | Keterangan |
|------------------|-----------|------------|
| Wortel organik | 1 | Ttd |
| | 2 | Ttd |
| | 3 | Ttd |
| Wortel anorganik | 1 | Ttd |
| | 2 | Ttd |
| | 3 | Ttd |

Keterangan:

ttd : Tidak terdeteksi

Tabel 5 menunjukkan bahwa Pb dalam sampel wortel organik dan wortel anorganik tidak terdeteksi. Hal tersebut disebabkan karena harga absorbansi terukurnya yang berada jauh dibawah harga absorbansi limit deteksi, sehingga sudah tidak bisa dibedakan antara *noise* (absorbansi partikel pengganggu) dan

absorbansi Pb yang sesungguhnya. Hasil tersebut menunjukkan bahwa sampel wortel organik dan wortel anorganik baik dikonsumsi oleh masyarakat.

KESIMPULAN

Dari penelitian disimpulkan bahwa :

1. Pada sampel wortel organik dan wortel anorganik tidak terdeteksi adanya logam Pb.
2. Sampel wortel organik dan wortel anorganik memenuhi persyaratan SNI No. 7387:2009 tentang batas maksimum cemaran logam Pb pada buah dan sayur.

DAFTAR PUSTAKA

Anonim. 2009. *SNI 7387:2009*. Jakarta:BSN

Ardyanto, D. 2005. *Deteksi Pencemaran Timah Hitam (Pb) Dalam Darah Masyarakat Yang Terpajan Timbal (Plumbum)*. *JURNAL KESEHATAN LINGKUNGAN: VOL 2*, No 1. P. 67 – 76

Aziz, V. 2007. *Analisis Kandungan Sn, Zn, dan Pb Dalam Susu Kental Manis Kemasan Kaleng Secara Spektrofotometri Serapan Atom* [skripsi]. Yogyakarta: Fakultas Ilmu Kimia dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia.

Darmono. 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Mahkluk Hidup*. Jakarta: UI-Press

- Esvandiary, J., Maria F.S.U,dan Yosef.W. 2006. *Efek Analgetik dan Efek Anti Inflamasi Beta Karoten pada Mencit* [skripsi]. Yogyakarta: Fakultas Farmasi, Universitas Sanata Dharma Yogyakarta
- Girsang, W. 2009. *Dampak Negatif Penggunaan Pestisida* [skripsi]. Pematangsiantar: Fakultas pertanian, Universitas Simalungun Pematangsiantar
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian,Vol. 1.
- <http://iptek.net/index.php.htm>, diakses pada 21 November 2009
- Kopkar, S.M. 2002. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press
- Mille, C.J dan Miller, NJ. 1991. *Statistik Untuk Kimia Analisis*, Edisi II (terjemahan). Bandung: ITB
- Mutiaticum, D. D., Isnawati, A., & Raini, M., 1993. Pengembangan Metode Analisis Logam Berat (Pb) dengan cara AAS. *Cermin Dunia Farmasi*. No: 16. p.31-34
- Nova, T. 2008. *Perbandingan Antara Aktivitas Antioksidan Perasan Wortel Import Dengan wortel Lokal Secara In-Vitro* [skripsi]. Purwokerto: Fakultas Farmasi, Universitas Muhammadiyah Purwokerto
- Palar,H. 1994. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: PT Rineka Cipta
- Pescok, L., Robert S. L., Donald, C., Thomas, Mc'William, G. & Ian. 1997, *Modern Methods of Chemical Analysis* second edition, Canada, John Wiley & sons, Inc. p. 260-263
- R. Setiadi,B.Sarwono. 2007. *Tanaman Obat Keluarga*. Jakarta: PT. Samarinda Utama
- Rukmana, R. 1995. *Bertanam Wortel*. Yogyakarta: Kasinus
- Sinaga.S.M.2004.*Perspektif Pengawasan Makanan Dalam Kerangka Keamanan Makanan dan Untuk Meningkatkan Kesehatan*.Sumatra Utara:USU digital library
- Widayanti, W.2004. *Pengaruh Tempat dan Waktu Penyimpanan terhadap Kadar Logam PB dan Cd pada Wortel (Daucus carrot, L) dan selada (Lactuca sativa , L) dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom* [skripsi]. Universitas Islam Indonesia:Jogjakarta
- Widianarko, B, 1997, *Pencemaran Lingkungan Mengancam Keamanan Pangan* . [http : // www.kompasOnline.Com/apakabar/basisdata/1997/09/11...30-2-2005.14.00](http://www.kompasOnline.Com/apakabar/basisdata/1997/09/11...30-2-2005.14.00)