

## **ANALISIS KANDUNGAN LOGAM TIMBAL (Pb) PADA PEMPEK PANGGANG DENGAN METODE MICROWAVE PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROSCOPY (MPAES)**

Diah Astika Winahyu<sup>1</sup>, Nofita<sup>2</sup>

### **ABSTRACT**

*Pempek roasted is characteristic food from Palembang. Pempek made of fish and tapioca and served with hot sour sauce called "kuah cuka". Lead is one of the metals being contaminated in pempek roasted that comes from basic materials and pollution of vehicles because they are sold at roadsides. This research determines the degree of lead in pempek roasted that are sold at roadsides of Bandar Lampung City. The results show that lead levels are more than SNI 7387 : 2009. This research used the MPAES method with the principle of measuring the intensity of radiation energy that is radiated by plasma. The preparation of the sample uses wet destruction where the sample is changed with strong acids into a solution or mixture. Based on the results of the measurement, the lead levels in the pempek roasted samples are as follows: sample A 6,31 mg/kg, sample B 4,37 mg/kg, sample C 4,30 mg/kg, sample D 3,96 mg/kg, and sample E 4,62 mg/kg. Therefore, the conclusion is that the measured lead levels are more than the limit of the rule based on SNI 7387 : 2009, which is not more than 0,3 mg/kg.*

*Key words : Pempek roasted, lead, MPAES*

### **ABSTRAK**

Pempek panggang merupakan makanan khas Palembang yang terbuat dari ikan yang dicampur dengan tapioka, dan dimakan dengan saus asam manis pedas (cuko). Timbal salah satu logam yang menjadi kontaminasi pada pempek panggang yang dapat berasal dari bahan baku dan asap kendaraan karena penjualan dipinggir jalan. Penelitian ini untuk menentukan apakah kadar pempek panggang yang dijual di pinggir jalan Kota Bandar Lampung mengandung logam berat timbal yang melebihi batas SNI 7387:2009. Penelitian ini menggunakan metode MPAES dengan prinsip mengukur intensitas energi radiasi yang dipancarkan oleh plasma. Preparasi sampel menggunakan destruksi basah yaitu perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran. Berdasarkan hasil pengukuran kadar logam timbal dalam sampel pempek panggang diperoleh kadar rata-rata dengan masing-masing sampel adalah A 6,31 mg/kg, sampel B 4,37 mg/kg, sampel C 4,30 mg/kg, sampel D 3,96 mg/kg, dan sampel E 4,62 mg/kg. Sehingga dapat disimpulkan bahwa kadar tersebut melebihi batas persyaratan yang telah ditetapkan SNI 7387:2009 yaitu tidak melebihi dari 0.3 mg/kg.

*Kata kunci : Pempek panggang, Timbal, MPAES*

### **PENDAHULUAN**

Pempek adalah kuliner khas Palembang yang merupakan perpaduan dari dapur Melayu dan

Cina. Pempek terbuat dari ikan yang dicampur dengan tapioka, dan dimakan dengan saus asam

manis pedas (cuko). Di Kota Bandar Lampung pempek panggang ini biasa dijual di pasar dan di pinggir jalan yang aktivitas lalu lintasnya cukup padat baik pada pagi hari, siang hari, maupun sore hari. Pempek panggang yang dijual tidak tertutup rapat, serta pengolahan langsung ditempat tersebut.

Bahan utama yang digunakan dalam pembuatan pempek panggang adalah ikan. Keberadaan ikan di perairan sangat dipengaruhi oleh adanya zat-zat pencemar yang biasanya berasal dari aktivitas manusia, limbah industri, transportasi, pertanian maupun perkebunan (Alsuhendra dan Ridawati, 2013). Logam berat dalam tubuh ikan terjadi karena proses difusi melalui permukaan kulit, masuk melalui insang, dan melalui rantai makanan.

Kegiatan industri merupakan sumber penyumbang logam berat paling banyak ke lingkungan. Hal ini disebabkan oleh banyak logam berat yang dimanfaatkan oleh industri, baik sebagai bahan baku, katalisator, biosida, maupun sebagai bahan tambahan (*additive*) (Alsuhendra dan Ridawati, 2013). Kandungan logam berat seperti Pb, Hg, Cd, dan Cu banyak terdapat dalam air.

Hal ini diduga karena logam berat mengalami proses pengendapan dan sedimentasi (Kapsari, 2016).

Logam berat biasanya menimbulkan efek-efek khusus pada makhluk hidup. Salah satu logam yang menyebabkan pencemaran air yaitu logam berat Timbal (Pb). Terdapat dalam air yang dikeluarkan oleh sejumlah industri dan pertambangan. Daya racun timbal yang akut pada perairan alami menyebabkan kerusakan hebat pada ginjal, sistem reproduksi, hati, otak, sistem syaraf dan bisa menyebabkan kematian (Achmad, 2004). Menurut SNI 7387:2009 bahwa batas maksimum cemaran logam timbal pada olahan ikan yaitu 0,3 mg/kg (Badan Standarisasi Nasional, 2009).

Cemaran logam pada pempek panggang dapat dianalisis dengan menggunakan metode *Microwave Plasma Atomic Emmision Spectroscopy* (MPAES). MPAES merupakan bentuk spektrofotometri dimana spesies pengabsorpsiannya adalah atom-atom. Keuntungan dari metode ini yaitu selektivitas tinggi karena dapat menentukan kadar ppb. Selain itu metode ini juga menjadi alternatif karena mempunyai tingkat bahaya yang lebih rendah

yaitu tidak menggunakan nyala api (flame) untuk atomisasi dan tidak menggunakan gas-gas mudah terbakar atau dapat meledak.

### **METODOLOGI PENELITIAN**

Waktu dan tempat penelitian ini dilakukan pada bulan April sampai Mei 2019. Preparasi sampel dilakukan di Laboratorium Jurusan Kimia Analitik dan Instrumentasi, Jl. Prof. Dr. Soemantri Brodjonegoro No.1 Bandar Lampung dan Analisis dilakukan di UPT Laboratorium Terpadu dan Sentra Inovasi Teknologi Universitas Lampung.

### **Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan antara lain seperangkat alat *Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MPAES)*, Gelas Ukur, Neraca Analitik, Spatula, Kertas Saring Whatman, *Beaker Glass*, Labu takar 1000 ml dan labu takar 100 ml, Pipet tetes, Corong Gelas, Mortir dan Stamper.

Bahan yang digunakan seperti larutan standar *multi-element*, Pempek panggang, *Aquadest*,  $\text{HNO}_3$  65%.

### **Preparasi sampel**

Pempek panggang di oven dengan suhu  $60^\circ\text{C}$  selama 24 jam. dihaluskan dengan mortir hingga homogen, tempatkan dalam wadah yang bersih dan bertutup. Jika pempek panggang tidak langsung dianalisis, simpan dalam freezer sampai saatnya untuk dianalisis. Pastikan masih tetap homogen sebelum ditimbang. Jika terjadi pemisahan antara cairan dan contoh maka dilakukan penggerusan ulang sebelum dilakukan analisis.

Timbang sebanyak 5 gram dan masukkan kedalam tabung destruksi kemudian sampel didestruksi dengan ditambahkan 10 mL larutan  $\text{HNO}_3$  65% didiamkan selama 24 jam. Lalu dipanaskan diatas penangas air pada suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 2 jam sampai larutan jernih kemudian didinginkan lalu disaring menggunakan kertas saring Whatman. Filtrat yang diperoleh dari sampel dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL diencerkan dengan aquades sampai tanda batas kemudian homogenkan. Dari labu 25 mL dipipet 1 mL masukkan ke dalam labu 10 mL. Filtrat sampel kemudian siap diukur ke dalam *Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy (MPAES)*.

**Pembuatan Larutan Baku *multi-element***

Pembuatan larutan standar *multi-element* 1000 mg/L (1000 ppm); Pembuatan larutan standar *multi-element* 100 mg/L (100 ppm); Larutan Standar 10 mg/L (10 ppm); Pipet 1 mL dari larutan standar 100 mg/L masukkan ke dalam labu takar 100 mL; Pipet larutan standar Pb 1000 ppm sebanyak 10 mL masukkan ke dalam labu takar 100 mL dan encerkan dengan HNO<sub>3</sub> 1%.

**Pembuatan Larutan Kurva Kalibrasi Timbal Pb (Sari dkk., 2017)**

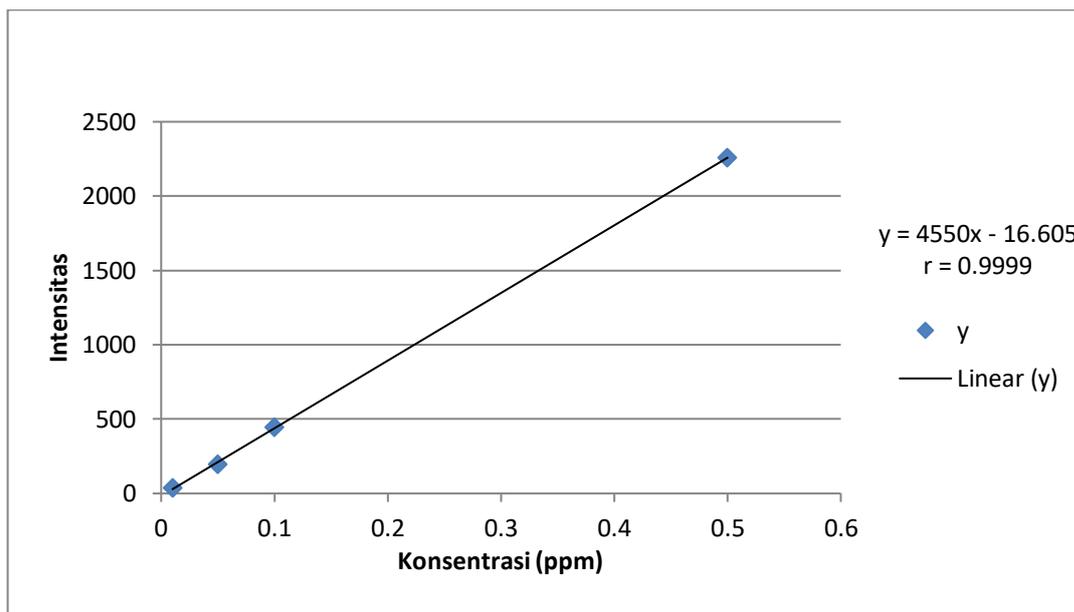
Larutan standar Pb 10 ppm dipipet sejumlah 0,01 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,5 ppm; Masing-masing larutan dimasukkan kedalam labu takar 10 mL; Kedalam masing-masing larutan ditambahkan HNO<sub>3</sub> 1% sampai batas tanda, sehingga akan memperoleh larutan standar Pb dengan konsentrasi 0,01 ; 0,05 ; 0,1 ; 0,5 ppm.

**Analisis Data Kadar Logam Timbal (Pb) terhadap Pempek Panggang**

Untuk mencari konsentrasi sampel dapat dicari dengan menggunakan metode kurva kalibrasi, yaitu kurva yang menghubungkan intensitas dengan konsentrasi standar. Kurva kalibrasi ini kemudian digunakan untuk menyalurkan intensitas yang dihasilkan dari larutan sampel maka untuk menentukan konsentrasinya digunakan rumus regresi linier berdasarkan kurva kalibrasi. Analisis kandungan logam timbal (Pb) pada sampel menggunakan persamaan regresi linier dengan rumus  $Y = ax + b$

**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pada pengukuran panjang gelombang larutan standar timbal (Pb) memberikan serapan tertinggi pada panjang gelombang 405,781 nm



Gambar 1. Grafik Kurva Kalibrasi

### Kurva Kalibrasi

Intensitas dan kurva kalibrasi dari 4 larutan standar didapat persamaan regresi  $y = 4550x - 16,605$  dengan nilai  $r = 0,9999$

Tabel 1. Intensitas Larutan Standar *Multi element*

No	Standar	Konsentrasi (x)ppm	Intensitas
1.	Blanko	0	-0,04
2.	Standar 1	0,01	36,24
3.	Standar 2	0,05	196,81
4.	Standar 3	0,1	445,81
5.	Standar 4	0,5	2258,31

Tabel 2. Hasil Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) pada sampel

Sampel	Pengulangan	Bobot Sampel (g)	Intensitas	Konsentrasi Timbal (mg/L)	Kadar Timbal (mg/kg)	Kadar Rata-rata (mg/kg)
A	1	5,0313 g	563,5	0,1274	6,37	6,31 mg/kg
	2	5,0313 g	553,72	0,1253	6,26	
B	1	5,0306 g	381,21	0,0874	4,37	4,37 mg/kg
	2	5,0306 g	381,45	0,0874	4,37	
C	1	5,0142 g	370,27	0,0850	4,25	4,30 mg/kg
	2	5,0142 g	380,78	0,0873	4,36	
D	1	5,0135 g	345,96	0,0796	3,98	3,96

E	2	5,0135 g	342,09	0,0788	3,94	mg/kg
	1	5,0265 g	378,49	0,0868	4,34	4,62
	2	5,0265 g	394,13	0,0902	4,91	mg/kg

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah pempek panggang yang dijual di pinggir jalan Kota Bandar Lampung. Lokasi dipilih di pinggir jalan karena lebih banyak terpapar asap kendaraan, dan tiap-tiap wilayah masih jarang penjual pempek panggang jika untuk menetapkan kesatu pusat tempat untuk pengambilan sampel. Pemilihan metode pengambilan sampel yang digunakan *Accidental Sampling*. Teknik pengambilan *Accidental Sampling* yaitu cara pengambilan sampel berdasarkan unit atau individu yang dijumpai di tempat dan waktu penelitian, tanpa sistematis.

Pada penanganan sampel dilakukan destruksi karena untuk melarutkan dan mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan unsur-unsurnya dapat dianalisis. Selain itu dilakukan destruksi karena syarat utama sampel untuk dianalisis dengan *Microwave Plasma Atomic Emission Spectroscopy* (MPAES) yaitu larutan sampel harus jernih dan tidak ada lagi zat pengotor yang ada dalam labu takar. Preparasi dilakukan dengan destruksi basah

yaitu perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi menggunakan oksidator. Metode destruksi basah ini lebih baik daripada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi. Selain itu, karena titik leleh logam (Pb) 327°C sehingga untuk menghindari Pb teroksidasi (Kristianingrum, 2012).

Larutan yang digunakan dalam analisis ini yaitu HNO<sub>3</sub> 65%. Sampel sebelum dianalisis terlebih dahulu dilakukan preparasi. Preparasi sampel dengan cara ditimbang sebanyak 5 gram dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam. Tujuan dari pengeringan adalah agar mineral yang terdapat didalam sampel dapat terlepas dari matriks senyawa besar seperti protein, lemak, dan karbohidrat. kemudian didestruksi dengan penambahan HNO<sub>3</sub> 65% didiamkan selama 24 jam bertujuan untuk melarutkan (Pb) (Candra, 2012). Penggunaan asam nitrat pekat karena asam ini merupakan oksidator kuat yang dapat melarutkan hampir seluruh logam

dan dapat mencegah pengendapan unsur.

Untuk melarutkan semua dipanaskan dengan *hotplate* selama 1 jam sehingga uap coklat berubah menjadi uap putih, hasil destruksi dibiarkan mendingin kemudian disaring menggunakan kertas *whatman* dan dimasukkan ke labu 25 ml tambahkan aquades sampai tanda batas. Lalu dilakukan pengenceran dipipet 1 ml dimasukkan ke labu 10 ml tambahkan aquades sampai tanda batas.

Pada penetapan kadar logam timbal (Pb) pada pempek panggang dengan metode *Microwave Plasma Atomic Emmision Spectroscopy* (MPAES) karena mempunyai selektivitas yang tinggi serta dapat mengukur beberapa unsur sekaligus secara berurutan, dibandingkan dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

Panjang gelombang yang digunakan untuk penetapan kadar ion logam timbal (Pb) dalam sampel menggunakan panjang gelombang yang didapat dari serapan lampu katoda timbal (Pb) sebagai sumber sinar. Panjang gelombang maksimum lampu katoda Pb memberikan serapan tertinggi pada panjang gelombang

405,781 nm. Pada pengukuran sampel digunakan panjang gelombang maksimum karena perubahan intensitas untuk setiap satuan konsentrasi larutan adalah yang paling besar. Serta disekitar panjang gelombang maksimum, bentuk kurva intensitas linier, sehingga memenuhi Hukum *lambert-beer*. Jika melakukan pengukuran ulang, akan menghasilkan hasil yang cukup konsisten.

Setelah itu dilakukan pengujian kurva kalibrasi tujuannya untuk membuktikan hubungan antara intensitas dan konsentrasi berbanding lurus. Kurva kalibrasi larutan standar sudah memenuhi Hukum *Lambert beer* karena grafik yang terbentuk garis lurus yang melalui titik nol. Hukum *Lambert beer* menyatakan absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi dan ketebalan bahan/medium. Kurva kalibrasi untuk menghitung konsentrasi timbal (Pb) dalam sampel berdasarkan serapan yang dihasilkan pada persamaan garis regresi linier  $y = ax + b$ .

Pembuatan kurva kalibrasi didahului dengan pembuatan larutan seri dengan pengenceran dari larutan standar *multi-element* untuk mendapat konsentrasi yang

diinginkan. Pengenceran larutan induk *multi-element* dilakukan secara hati-hati dan teliti supaya tidak terjadi kesalahan yang dapat menyebabkan konsentrasi larutan standar yang tidak sesuai dengan yang diinginkan. Pelarut yang digunakan untuk mengencerkan larutan induk yaitu HNO<sub>3</sub> 1% karena unsur yang dianalisis yaitu logam, dan logam tersebut larut dengan asam. Selain itu HNO<sub>3</sub> dengan konsentrasi 0,5- 2% digunakan sebagai senyawa matriks untuk menentukan keberadaan logam dalam larutan.

Kurva kalibrasi dibuat dari larutan standar *multi-element*. Larutan standar *multi-element* yaitu suatu larutan khusus yang digunakan untuk analisis logam, khususnya yang menggunakan *Microwave Plasma Atomic Emission spectroscopy* (MPAES). Dari larutan seri dibuat dengan lima seri dengan konsentrasi 0,01 ppm, 0,05 ppm, 0,1 ppm, dan 0,5 ppm. Persamaan yang didapat yaitu  $y = 4550x - 16,605$  dengan nilai koefisien kolerasi ( $r$ ) = 0,9999. Nilai koefisien kolerasi ( $r$ ) adalah bilangan yang digunakan untuk mengetahui kuat, sedang, dan lemahnya hubungan diantara variable yang sedang diteliti yang berarti semakin mendekati nilai 1

maka semakin kuat. Nilai koefisien kolerasi ( $r$ ) dan kurva kalibrasi larutan Timbal (Pb) adalah 0,9999 yang maka hal ini menunjukkan bahwa hasil  $r$  sangat kuat antara konsentrasi ( $x$ ) dengan intensitas ( $y$ ).

Konsentrasi larutan standar dihitung dari persamaan regresi linier yang didapat kemudian memasukkan intensitas larutan standar dengan mengkonversikan ppm ke mg/kg. Pada pengukuran kadar logam timbal (Pb) dalam sampel pempek panggang diperoleh kadar rata-rata dengan masing-masing sampel adalah A 6,31 mg/kg, sampel B 4,37 mg/kg, sampel C 4,30 mg/kg, sampel D 3,96 mg/kg, dan sampel E 4,62 mg/kg.

Pempek yang dijual di Kota Bandar Lampung memiliki kadar yang melebihi batas yang telah ditetapkan oleh Badan Standar Nasional (2009) bahwa batas maksimal cemaran logam timbal pada olahan ikan yaitu 0,3 mg/kg. Sehingga sampel Pempek panggang tidak memenuhi persyaratan. Hal ini disebabkan kemungkinan dari pelarut dan pengencer yang digunakan mungkin belum murni, sebaiknya aquabidest. Disebabkan juga dari ikan yang diperoleh dari laut yang

ada disekitar Bandar Lampung tercemar oleh kegiatan industri. Kandungan logam berat seperti Pb, Hg, Cd, dan Cu banyak terdapat dalam air. Hal ini diduga karena logam berat mengalami proses pengendapan dan sedimentasi (Kapsari, 2015). Logam berat tersebut akan mengalami proses penggabungan dengan senyawa-senyawa lain. Logam-logam dalam perairan berasal dari sumber alamiah dan dari aktivitas yang dilakukan manusia. Secara alamiah (Pb) dapat masuk ke badan perairan melalui pengkristalan (Pb) di udara dengan bantuan air hujan. Disamping itu proses korosifikasi dari batuan mineral akibat hembasan gelombang dan angin, juga merupakan salah satu jalur sumber (Pb) yang masuk ke dalam perairan (Palar, 2012).

Pencemaran udara oleh logam berat terutama disebabkan oleh gas buangan kendaraan bermotor. Beberapa wilayah Bandar Lampung seperti terminal daerah padat lalu lintas, memiliki udara dengan kadar logam berat Pb sekitar 2-8 mg/m<sup>3</sup> udara. Pencemaran dari emisi gas buangan kendaraan ini menyumbang sekitar 65% dari pencemaran udara (Alsuhendra dan Ridawati, 2013).

Tidak semua senyawa timbal (Pb) dapat diserap oleh tubuh melainkan hanya sekitar 5-10% dari jumlah timbal yang masuk melalui makanan dan atau sebesar 30% dari jumlah yang diserap itu hanya 15% yang akan menyerap pada jaringan tubuh terakumulasi dalam ginjal, hati, kuku, jaringan lemak, rambut dan sisanya akan turut dibuang bersama bahan sisa metabolisme seperti urine dan feses (Palar, 2012).

#### DAFTAR PUSTAKA

- Achmad, R. 2004, *Kimia Lingkungan*. Andi. Yogyakarta.
- Alsuhendra, dan Ridawati. 2013. *Bahan Toksik dalam Makanan*. PT Remaja Rosdakarya. Bandung.
- Badan Standarisasi Nasional. 2009. SNI 7387:2009. Batas Maksimum Cemaran Logam Berat Dalam Makanan. Jakarta.
- Candra, D D., 2012. *Determinasi Pencemaran Timah Hitam (Pb) Dalam Darah Masyarakat Yang Terpajan Timbal (Plumbum)*, (Online), (<http://www.share-pdf.com/>), diakses tanggal 18 juli 2014).
- Kapsari AE. 2016. Status Pencemaran Berdasarkan logam berat Pb, Hg, Cd, Cu, dan Ag dalam air dan

*sedimen di Estuari Sungai Donan, Segara Anakan Timur.* [Skripsi]. Bogor: IPB.

Kristianingrum, S. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan *Efeknya* *Prosiding Seminar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penetapan MIPA.* Jurusan Pendidikan Kimia. Fakultas MIPA. Universitas Negeri Yogyakarta. Hal 195-202.

Palar, H. 2012. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat.* Jakarta; PT Rineka Cipta.

Sari, A., Hidayar, D., dan Juliasih, R, G, L. 2017. Kajian Kandungan Logam Berat Timbal (Pb), Kadmium (Cd), dan Tembaga (Cu) Pada Ikan Teri Kerinf (*Stolephous sp.*) Di Pesisir Teluk Lampung Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Analit* Vol. 2 No. 02. Hal 88-97.