

ANALISIS KADMIUM (CD), SENG (ZN) DAN TIMBAL (PB) PADA SUSU KENTAL MANIS KEMASAN KALENG SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)

Roslinda Rasyid¹, Humairah² dan Zulharmitta¹

¹Fakultas Farmasi, Universitas Andalas (UNAND), Padang

²Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFARM), Padang

ABSTRACT

The quantitation of same metal such as cadmium, zink and lead from same sweetened condensed milk packed in the cans samples which are collected in Pasar Raya Padang has been done. Metal measurement done by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). The result showed its zinc quantity from sample A, B, C and D are 24.3948 mg/Kg; 23.7886mg/Kg; 19.3428 mg/Kg; 19.3928 mg/Kg respectively, its cadmium were not identified, Its lead quantity are 0.1434 mg/Kg; 0 mg/Kg; 0 mg/Kg; 0.1436 mg/Kg. It showed that sample A, and D have not complied the milk qualification of BPOM. RI. No. 03725/B/SK/VII/89 in metal compound.

Keywords : Cadmium, zink, lead, atomic absorption spectroscopy

ABSTRACT

Telah dilakukan penelitian kadar logam seperti kadmium, seng dan timbal dari sampel susu kental manis kemasan kaleng yang beredar di Pasar Raya Kota Padang. Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) digunakan pada penentuan kadar kadmium, seng dan timbal. Hasil pemeriksaan menunjukkan data sampel A, B, C dan D secara berturut-turut untuk kadar seng 24,3948 mg/Kg; 23,7886 mg/Kg; 19,3428 mg/Kg; 19,3928 mg/Kg, kadar kadmium tidak terdeteksi, kadar timbal 0,1434 mg/Kg; tidak terdeteksi; tidak terdeteksi; 0,1436 mg/Kg. Dari data yang ditunjukkan ada dua sampel yaitu A dan D yang tidak memenuhi syarat yang ditetapkan oleh Peraturan BPOM. RI. NO. 03725/B/SK/VII/89.

Kata kunci : Kadmium, seng, timbal, spektrofotometri serapan atom

PENDAHULUAN

Susu merupakan minuman bergizi tinggi dan merupakan bahan makanan yang istimewa bagi manusia karena kelezatan serta komposisi yang ideal selain mengandung semua zat yang dibutuhkan oleh tubuh, semua zat makanan yang terkandung di dalam susu dapat diserap oleh darah dan dimanfaatkan oleh tubuh. Dilihat dari segi ilmu gizi, susu merupakan bahan pangan yang sempurna karena mengandung hampir semua zat gizi yang diperlukan tubuh manusia sehingga baik untuk dikonsumsi

dan merupakan makanan alamiah (Anonim, 2007).

Sumber pakan sapi yang dipelihara terkadang berupa campuran sampah yang mengandung bahan-bahan yang kemungkinan bersifat toksik, sampah tersebut akan masuk ke dalam tubuh sapi dan terdistribusi keseluruh bagian tubuh sapi. Dengan demikian sapi yang mengkonsumsi sampah tersebut memiliki resiko tinggi terpapar bahan toksik. Salah satu bahan toksik yang menjadi faktor resiko adalah logam-logam berat. Toksisitas logam pada hewan komersial biasanya berpengaruh pada produksi dari hewan tersebut, seperti

daging dan susu yang dihasilkan, juga menimbulkan residu logam dalam tubuh ternak. Sapi yang makan sampah atau makanan yang tercemar bahan toksik logam berat akan mengakumulasi logam tersebut. Jika sapi tersebut kemudian dimanfaatkan sebagai sumber pangan pada manusia, maka manusia yang mengkonsumsi bahan pangan tersebut kemungkinan juga akan mengakumulasi logam-logam berat dan akhirnya akan mengalami gangguan kesehatan (Darmono, 2001).

Penelitian yang telah dilakukan dari studi komparatif terhadap beberapa merk susu cair, telah ditemukan logam Ca (2,50 mg/Kg), Mg (1,64 mg/Kg), Fe (0,56 mg/Kg), Cu (0,21 mg/Kg), Ni (0,08 mg/Kg), Cd (0,08 mg/Kg) (Hussain, *et al.*, 2010). Produk susu yang diproduksi dari susu kerbau memiliki kadar logam yang lebih tinggi dari susu sapi yaitu logam Fe, Cu, Mn dan Zn yang terdeteksi pada susu kerbau dengan konsentrasi (0,88, 0,201, 0,072 dan 4,35 mg/Kg) dan pada susu sapi (0,572, 0,131, 0,047 dan 2,828 mg/Kg). logam berbahaya seperti timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) juga ditemukan dalam konsentrasi yang rendah (Enb, *et al.*, 2009). Kadar Cd, Pb dan Hg dalam susu sapi adalah $12,9 \pm 6,0$, $0,3 \pm 0,3$, $3,1 \pm 0,3$ ng g⁻¹. Dalam susu domba $14,9 \pm 7,8$, $1,6 \pm 1,2$, $3,1 \pm 0,3$ ng g⁻¹ (Najarnezhad & Masoome, 2013).

Kualitas makanan atau bahan makanan di alam tak lepas dari berbagai pengaruh seperti kondisi lingkungan yang menjadikan layak atau tidaknya suatu makanan untuk dapat dikonsumsi. Berbagai bahan pencemar terkandung dalam makanan dapat disebabkan karena penggunaan bahan baku pangan yang terkontaminasi pada saat proses awal pengolahan maupun penyimpanan atau wadah yang digunakan. Makanan ataupun minuman biasanya di tempatkan pada suatu wadah yang dipakai untuk memperpanjang umur makanan

tersebut. Biasanya tempat yang digunakan adalah kaleng, akan tetapi makanan kaleng dapat menyerap logam dari wadahnya baik Timah (Sn), Tembaga (Cu), Seng (Zn) dan Besi (Fe), Kadmium (Cd) dan Timbal (Pb) (Deman, 1997).

Kaleng yang terbuat dari logam atau campuran logam jelas bukan merupakan bahan yang inert, sehingga kemungkinan dapat bereaksi dengan isi kaleng dan melepaskan unsur-unsur logam ke dalam makanan dan minuman yang dikalengkan. Pelepasan unsur logam tersebut terutama terjadi apabila kaleng tidak dilapisi zat inert (lapisan pelindung) secara baik atau terjadi cacat pada bagian dalam kaleng dan adanya korosi, sehingga isi kaleng mengadakan kontak langsung dengan logam. Dari unsur yang dilepaskan kemungkinan terdapat logam berat seperti Timbal (Pb), Besi (Fe), Timah (Sn), Kadmium (Cd), dan Seng (Zn) yang dapat mengganggu kesehatan. Adanya logam tersebut, walaupun dengan kadar kecil akan membahayakan kesehatan konsumen dan mengingat logam berat akan tertimbun di dalam tubuh, sehingga lambat laun kadarnya akan meningkat dan sangat membahayakan kesehatan (Sugiastuti *et al.*, 2006).

Kadar logam dalam susu yang telah terkontaminasi umumnya masih rendah, tetapi logam tersebut dapat menumpuk di dalam tubuh. Toksisitas logam tergantung dari beberapa faktor, seperti banyaknya logam yang diserap dan usia. Misalnya Anak-anak lebih rentan terhadap efek paparan timbal, karena meskipun terpapar dalam jumlah sedikit dapat mempengaruhi proses perkembangan anak. Oleh karena itu, adanya residu logam Pb, Cd, dan Hg dalam susu merupakan masalah besar, karena sebagian besar susu dikonsumsi oleh bayi dan anak-anak (Ogabiele, *et al.*, 2011).

Mengingat adanya bahaya yang dapat ditimbulkan oleh logam berat terhadap

kesehatan, maka diperlukan pemeriksaan logam Cd, Zn dan Pb dalam susu kental manis kemasan kaleng secara spektrofotometri serapan atom (SSA). Hasil pemeriksaan ini diharapkan dapat digunakan sebagai bahan tambahan informasi bagi yang berwenang dalam pengawasan terhadap kesehatan masyarakat.

Tujuan dari penelitian ini adalah Mengetahui adanya kandungan logam Cd, Zn dan Pb pada produk susu kental manis (SKM) kemasan kaleng. Serta penetapan kadar logam Cd, Zn, Pb yang terdapat di dalam produk susu kental manis (SKM) kemasan kaleng. Diharapkan kadar logam dalam susu kental manis kemasan kaleng yang beredar dikota Padang tidak melebihi batas maksimum yang telah ditetapkan oleh peraturan BPOM RI No. 03725/B/SK/VII/89. Yaitu 0,01 mg/Kg untuk Cd, 40,0 mg/Kg untuk Zn dan 0,02 mg/Kg untuk Pb.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penentuan kadar kandungan Cd, Zn dan Pb dalam susu kental manis adalah spektrofotometri serapan atom (SSA) (Varian®), lampu katoda berongga Cd, lampu katoda berongga Zn, lampu katoda berongga Pb , pipet volume, labu ukur, labu kjeldahl, *beaker glass*, *hot plate*, tabung reaksi, kertas saring whatman no. 4

Bahan yang digunakan dalam penentuan kadar kandungan Cd, Zn dan Pb dalam susu kental manis adalah 4 buah sampel susu kental manis A, B, C dan D yang beredar di Pasar Raya Kota Padang, larutan standar kadmium ($\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$), larutan standar seng ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$), larutan standar timbal ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$), asam nitrat pekat (HNO_3 65%), hidrogen peroksida (H_2O_2 30%), aquabides dan aquadest.

Penetapan Kadar logam CD, Zn dan Pb Pembuatan larutan standar kadmium

Timbang 0,2828 g $3\text{CdSO}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ masukkan ke dalam gelas piala 100 ml, larutkan dengan lebih kurang 10 ml HNO_3 , panaskan sampai larut, encerkan dengan aquadest sampai volume lebih kurang 50 ml, kemudian panaskan lagi, dan dinginkan, masukkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan larutan dengan aquadest sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.

Pembuatan kurva kalibrasi

Dibuat sederetan larutan standar Cd dengan konsentrasi 1,0 mg/L, 1,5 mg/L, 2,0 mg/L, 2,5 mg/L dan 3,0 mg/L dengan cara memipet larutan Cd 10 mg/L sebanyak 5 mL, 7,5 mL, 10 mL, 12,5 mL, 15 mL, di masukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquadest sampai tanda batas. Ukur serapan pada panjang gelombang 228,8 nm dengan spektrofotometri serapan atom.

Pembuatan larutan standar seng

Masukkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan larutan dengan aquadest sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.

Pembuatan kurva kalibrasi

Dibuat sederetan larutan standar Zn dengan konsentrasi 0,5 mg/L, 0,75 mg/L, 1,0 mg/L, 1,25 mg/L dan 1,5 mg/L dengan cara memipet larutan Zn 10 mg/L sebanyak 2,5 mL, 3,75 mL, 5 mL, 6,25 mL, dan 7,5 mL, dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquadest sampai tanda batas. Ukur serapan pada panjang gelombang 213,9 nm dengan spektrofotometri serapan atom.

Pembuatan larutan standar timbal

Timbang 0,16 g. Pb(NO₃)₂ masukkan ke dalam gelas piala 100 ml, dan larutkan dengan lebih kurang 10 ml HNO₃, panaskan sampai larut, encerkan dengan aquadest sampai volume lebih kurang 10 ml, panaskan lagi, dan dinginkan. Masukkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan larutan dengan aquadest sampai tanda batas dan kocok sampai homogeny

Pembuatan kurva kalibrasi

Dibuat sederetan Larutan standar Pb dengan konsentrasi 6 mg/L, 7 mg/L, 8 mg/L, 9 mg/L dan 10 mg/L dengan cara memipet Larutan standar Pb 10 mg/L sebanyak 30 mL, 35mL, 40 mL, 45 mL dan 50 mL, di masukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan aquadest sampai tanda batas. Ukur serapan pada panjang gelombang 217,0 nm dengan spektrofotometri serapan atom

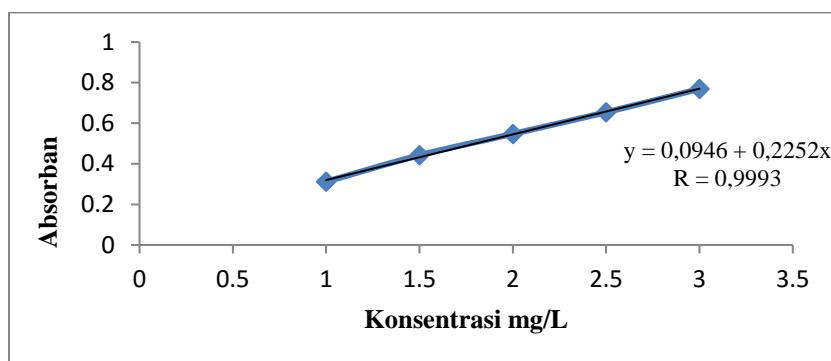
Penetapan kadar logam Cd, Zn dan Pb dalam susu kental manis kemasan kaleng.

Sampel ditimbang sebanyak 7 g sampel. Masukkan ke dalam labu Kjeldahl kemudian ditambahkan HNO₃ pekat 65% p.a sebanyak 25 mL. Panaskan di atas *hot plate* selama 30 menit, setelah itu pemanasan dihentikan sebentar, tambahkan 5 tetes H₂O₂ 30% dan pemanasan dilanjutkan. Penambahan H₂O₂ secara berulang kali sampai larutan jernih, dinginkan. Saring larutan dengan kertas saring whatman no. 42 ke dalam labu takar 25 mL dan encerkan dengan menggunakan aquabides sampai tanda batas. Maka larutan ini merupakan larutan sampel yang digunakan untuk menentukan konsentrasi logam Cd, Zn, Pb pada sampel dengan menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom. Ukur serapan sampel pada pajang gelombang 228,8 nm (kadmium), 213,9 n (seng), 217,0 nm (timbal).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel I. Hasil pengukuran absorban larutan standar Cd pada panjang gelombang 228,8 nm dengan lampu katoda berongga Cd

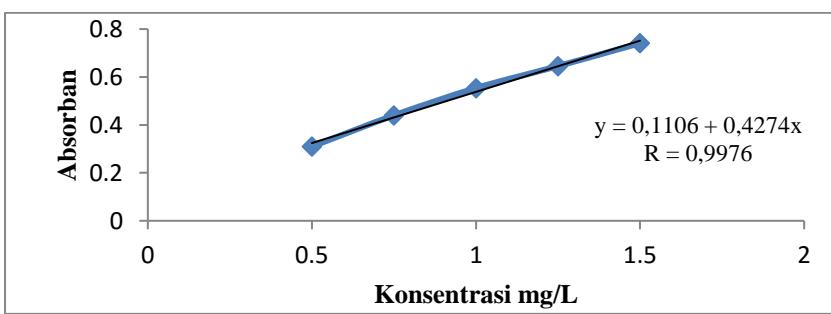
No	Konsentrasi (x) mg/L	Absorban
1	1,0	0,3121
2	1,5	0,4422
3	2,0	0,5475
4	2,5	0,6540
5	3,0	0,7691



Gambar 1. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Cd pada Panjang Gelombang 228,8 nm

Tabel II. Hasil pengukuran absorban larutan standar Zn pada panjang gelombang 213,9 nm dengan lampu katoda berongga Zn

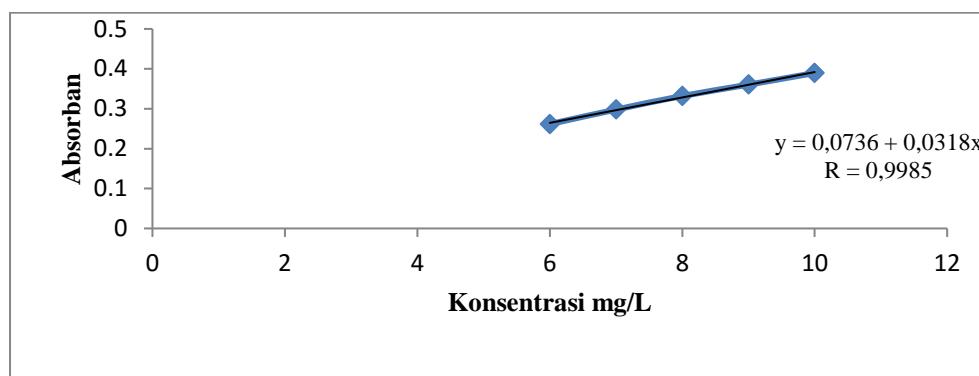
No	Konsentrasi (x) mg/L	Absorban
1	0,5	0,3098
2	0,75	0,4398
3	1,0	0,5537
4	1,25	0,6454
5	1,5	0,7411



Gambar 2. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Zn pada Panjang Gelombang 213,9 nm

Tabel III. Hasil pengukuran absorban larutan standar Pb pada panjang gelombang 217,0 nm dengan lampu katoda berongga Pb

No	Konsentrasi (x) mg/L	Absorban
1	6	0,2616
2	7	0,2979
3	8	0,3319
4	9	0,3604
5	10	0,3895

**Gambar 3.** Kurva Kalibrasi Larutan Standar Pb pada Panjang Gelombang 217,0 nm**Tabel IV.** Data hasil penetapan kadar logam Cd, Zn, dan Pb.

Kode Sampel	Pengamatan					
	Kandungan Logam Berat Terhadap Produk Siap diKonsumsi					
	Kadmium (mg/Kg)		Seng (mg/Kg)		Timbal (mg/Kg)	
	Hasil	Kadar Max.	Hasil	Kadar Max.	Hasil	Kadar Max.
A	Ttd.		24,3948		0,1434	
B	Ttd.	0,01	23,7886	40,0	Ttd.	0,02
C	Ttd.		19,3428		Ttd.	
D	Ttd.		19,3928		0,1436	

Pada penentuan kadar logam pada susu kental manis kemasan kaleng, sampel diperiksa kadar kadmium, seng, dan timbal dengan Spektrofotometri Serapan Atom. Larutan sampel dilewatkan pada nyala sehingga terbentuk uap atom yang akan dianalisis dan akan menyerap radiasi sinar yang dihasilkan HCL, sinar akan melalui monokromator untuk memilih panjang gelombang yang sesuai dengan logam yang akan dianalisis kemudian masuk ke dalam detektor dan absorbansi, lalu sampel akan terbaca di dalam sistem pembacaan alat. Kondisi yang ideal untuk suatu analisis menggunakan metode SSA adalah larutan sampel yang dianalisis harus memenuhi ketentuan bahwa larutan sampel harus berada pada dalam matrik dengan larutan standar. Pengukuran dengan metode SSA ini memiliki kepekaan yang tinggi karena kadar logam kurang dari 1 mg/L masih dapat ditentukan. Pelaksanaannya relatif sederhana dan analisa suatu logam tertentu dapat dilakukan dalam campuran dengan unsur-unsur logam lain tanpa pemisahan.

Banyaknya kadar logam yang terdapat pada sampel dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya, dari sumber bahan baku yang digunakan, *detinning* yaitu berupa pengelupasan lapisan timah atau enamel pada bagian dalam kaleng sehingga terjadi evolusi hidrogen dan kebocoran. Selain itu reaksi kimia produk dengan bahan kaleng yang disebabkan oleh beberapa faktor, diantaranya: tingginya sisa oksigen dalam makanan, adanya akselerator seperti nitrat dan senyawa sulfur lainnya, pH makanan dalam kaleng, jenis kaleng dan lapisan penahan korosif

Analisa suatu unsur logam pada sampel dengan menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA), suatu sampel haruslah dalam bentuk larutan. Dan ini biasanya membutuhkan destruksi untuk memecah ikatan Cd, Zn penelitian ini

metode yang digunakan adalah destruksi basah, karena pada umumnya destruksi basah dapat digunakan untuk menentukan unsur-unsur dengan konsentrasi yang sangat rendah. Agar unsur-unsur tidak saling mengganggu dalam analisis, maka unsur yang tidak ingin diamati harus dihilangkan, dengan adanya proses destruksi tersebut diharapkan yang tertinggal hanya logam-logam saja.

Tujuan dari penambahan HNO_3 65% ini adalah untuk melarutkan logam-logam yang ada di dalam sampel tersebut. penggunaan H_2O_2 30% berfungsi sebagai oksidator kuat dan untuk menguraikan senyawa organik. Sedangkan pemanasan dilakukan untuk menguapkan sebanyak mungkin zat-zat organik yang ada. Selanjutnya dibuat larutan standar kadmium, seng dan timbal dari pengenceran larutan induk masing-masing zat dengan berbagai konsentrasi. larutan standar disini adalah sebagai standar dalam pengukuran yang nantinya hasilnya akan diplotkan pada kurva kalibrasi untuk menentukan nilai regresi dari kurva, jika nilai regresi dari kurva mendekati 1 maka keakuratan hasil perhitungan yang diperoleh dapat dipertanggung jawabkan atau jika dilakukan pengulangan akan memiliki hasil yang hampir sama.

Konsentrasi larutan sampel ditentukan dengan menggunakan kurva kalibrasi dengan cara mengukur serapan sampel kemudian dikonversikan pada kurva kalibrasi tersebut. Konsentrasi sampel dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan regresi dari kurva kalibrasi, namun hasil konsentrasi sampel dari pengukuran tidak boleh kurang dari batas deteksi (BD) dan batas kuantitas (BK) yang diperoleh. Batas deteksi (BD) merupakan konsentrasi terendah yang masih dapat terdeteksi oleh suatu alat. Batas kuantitas (BK) merupakan konsentrasi terendah yang masih dapat diterima..

Dari hasil penelitian yang dilakukan kadar logam kadmium, seng dan timbal dari masing-masing sampel berbeda. Kadar dalam sampel yang dihasilkan ada yang tidak terdeteksi, hal ini mungkin disebabkan tidak terdapatnya kandungan logam Cd di dalam sampel atau kandungannya relatif sangat kecil. Logam Pb dalam sampel A dan D terdeteksi dengan kadar yang sangat tinggi dan ini sangat membahayakan kesehatan apabila dikonsumsi secara terus-menerus dalam jangka waktu yang lama. Logam Zink pada semua sampel telah terdeteksi dengan kadar yang cukup banyak, tetapi tidak sampai melewati dari ambang batas yang diperbolehkan oleh BPOM RI. Perbedaan kadar logam tiap sampel mungkin disebabkan oleh keadaan kemasan dan sumber air susu yang diperoleh dan resapan logam yang masuk ke dalam air susu ternak. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kadar logam kadmium dan seng, yang terdapat dalam setiap sampel tidak ada yang melewati batas maksimum yang ditetapkan oleh Peraturan BPOM RI yaitu 0,01 mg/Kg untuk Cd, 40,0 mg/Kg untuk Zn. Sedangkan kadar timbal pada sampel A dan B telah melewati batas maksimum yang telah ditetapkan oleh peraturan BPOM RI yaitu 0,02 mg/Kg,

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan sebagai berikut:

- Analisis logam Cd menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom pada sampel Susu Kental Manis Kemasan Kaleng pada kesemua sampel tidak terdeteksi. Kandungan logam Pb pada sampel A dan D terdeteksi dengan kadar yang tinggi dan telah melebihi ambang batas maksimal. Sedangkan kandungan logam Zn untuk semua sampel terdeteksi,

tetapi tidak melebihi kadar maksimal yang masih perbolehkan oleh Peraturan BPOM RI. No. 03725/B/SK/VII/89 yaitu 0,01 mg/Kg untuk logam Cd, 40,0 mg/Kg untuk logam Zn dan 0,02 mg/Kg untuk logam Pb.

- Dari penelitian yang telah dilakukan dapat diambil kesimpulan bahwa dari pemeriksaan logam berat pada susu kental manis kemasan kaleng yang meliputi penentuan kadar logam Cd, Zn dan Pb, dari data yang diperoleh terdapat dua sampel yaitu kode sampel A dan D tidak memenuhi syarat yang telah ditetapkan oleh Peraturan BPOM RI. No. 03725/B/SK/VII/89.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. (2007). *Keputusan Kepala Badan Karantina Pertanian. No. 436.a/Kpts/PD.670.320/L/11/07 tentang petunjuk pelaksanaan tindakan karantina hewan terhadap susu dan produk olahannya*. Jakarta: Badan Karantina Pertanian RI.
- Darmono. (2001). *Lingkungan hidup dan pencemaran*. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia..
- Deman, J.M. (1997). *Kimia makanan*. Bandung: Penerbit Institut Teknologi Bandung.
- Enb, A., Donia, M.A., Rabou, N.S. & Senalty, E. (2009). Chemical composition of raw milk and heavy metal behavior during processing of milk products. *Journal of Dairy Science*, 3, (3), 268-275.
- Hussain, Z., Nazir, A., Shafique, U. & Salman, M. (2010). Comparative study for the determination of metal in milk sampel using flame

- AAS and EDTA complexometric titration. *Journal of Scientific Research*, 40, (1), 1-6
- Najarnezhad, V. & Masoome, A. (2013). Heavy metal in raw cow and ewe milk from north East Iran. *Journal Clinical Science*, 6, (3), 158-162.
- Ogabiele, E.E., Udiba, U.U., Adesina, O.B., Hamnuel, C., Ajayi, A., Yebpella, G.G., Mmereole, U.J. & Abdullah, M. (2011). Assesment of metal levels in fresh milk from cow's grazed around challawa industrial estate of Kano Nigeria. *Journal of Basic and Applied Scientific Research*, 1, (7), 533-538.
- Sugiastuti, S., Sediarsa, & Kharisma, L.W. (2006). Analisis cemaran logam berat dalam buah Ananas comusus (L.) Merr. kaleng secara spektrofotometri serapan atom. *Jurnal Ilmu Kefarmasian Indonesia*, 4, (2), 92-95.

