PETUNJUK PRAKTIKUM

PENYEHATAN MAKANAN MINUMAN – A

Cemaran Logam Berat dalam Makanan
Cemaran Kimia non logam dalam Makanan

Dosen
CHOIRUL AMRI

JURUSAN KESEHATAN LINGKUNGAN
POLTEKKES KEMENKES YOGYAKARTA
2016

ANALISIS CEMARAN LOGAM BERAT DALAM MAKANAN DAN MINUMAN

Preparasi Sampel

1. Sampel minuman atau berupa cairan encer dapat langsung dianalisis
2. Sampel makanan atau berupa padatan harus dipreparasi terlebih dahulu sebagai berikut:
   a Sampel dihancurkan dengan mortir, selanjutnya ditimbang teliti sebanyak 1-2 gram dimasukkan dalam tabung reaksi bertutup ulir
   b. Ditambahkan 1 ml HCl pekat dan 3 ml HNO_3 pekat, dipanaskan dalam penangas air sampai jernih (kurang lebih 1 jam)
   c. Ditambahkan akuades 25-50 ml, selanjutnya disaring dengan kertas saring, filtrat ditampung dalam labu ukur 100 ml
   d. Diatur pH larutan hingga menunjukkan pH antara 6-7
   e. Ditambahkan akuades sampai tanda tera, digojok hingga homogen.

Cara Analisis

Analisis dapat dilakukan dengan metoda yang sesuai untuk masing-masing logam berat misalnya dengan metode spektrofotometri atau spektrofotometri serapan atom (SSA)

Perhitungan

Untuk sampel minuman (cairan) dapat langsung dinyatakan dalam mg/L atau ppm

Untuk sampel padatan dihitung sebagai berikut:

$$\text{Kadar logam berat} = \frac{\text{ml volume akhir pengenceran x mg/L hasil analisis}}{\text{Berat sampel (dalam gram)}}$$

= …….. ppm

ANALISIS LOGAM BERAT
DENGAN HEAVY METAL TES KIT

1. **Pb** Ke dalam botol ekstraksi dimasukkan 250 ml sampel, ditambah 25 ml reagen R-395 dan 20 ml reagen ditizon. Dilakukan ekstraksi, larutan ekstrak dibaca pada fotometer orbeco hellige 975-MP panjang gelombang 528 nm
2. **Zn** Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 10 ml larutan sampel, ditambah 1 tablet reagen Zink, digojok atau diaduk hingga reagen larut, didiamkan selama 10 menit selanjutnya dibaca pada fotometer orbeco hellige 975-MP panjang gelombang 640 nm
3. **Cr** Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 10 ml larutan sampel, ditambah 12 tetes H_2SO_4 1,0 N dan 1 sendok reagen R-3901, digojok atau diaduk hingga semua reagen larut, didiamkan selama 10 menit selanjutnya dibaca pada fotometer orbeco hellige 975-MP panjang gelombang 535 nm
4. **Cu** Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 10 ml larutan sampel, ditambah 1 tablet reagen Cu no. 1 (RT-122), diaduk. Ditambahkan 1 tablet reagen Cu no. 2 (RT-123), diaduk, didiamkan selama 10 menit selanjutnya dibaca pada fotometer orbeco hellige 975-MP panjang gelombang 528 nm
5. **Mn** Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 10 ml larutan sampel, ditambah 1 tablet reagen Mn no. 1 (RT-102), diaduk. Ditambahkan 1 tablet reagen Mn no. 2 (RT-103), diaduk, didiamkan selama 10 menit selanjutnya dibaca pada fotometer orbeco hellige 975-MP panjang gelombang 640 nm

6. **Cd** Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 10 ml larutan sampel, ditambah 1 tetes reagen Cd-1, 1 tetes reagen Cd-2, 3 tetes reagen Cd-3, dan 3 tetes reagen Cd-4, diaduk. Larutan berwarna merah menunjukkan adanya Cd dalam sampel.
7. **Sb** Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 2 tetes Teng-1 dan 10 ml akuades. Kertas uji dibasahi dengan larutan tersebut (1-2 tetes). Diteteskan 1 tetes sampel pada kertas uji, terbentuknya noda atau cincin merah jingga menunjukkan adanya Sb dalam sampel.
8. **Hg** Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 10 ml larutan sampel, ditambahkan 3-5 tetes reagen Hg-1, diaduk. Ditambahkan 1 tetes reagen Hg-2 dan 3 tetes reagen Hg-3, diaduk. Timbulnya warna kebiruan menunjukkan adanya Hg dalam sampel.

   Atau

   Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 10 ml larutan sampel, ditambah 3 tetes reagen Hg-4, 3 tetes reagen Hg-5, dan 3 tetes reagen Hg-6, diaduk. Timbulnya warna coklat menunjukkan adanya Hg dalam sampel.
9. **As** Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 10 ml larutan sampel, ditambah 3 tetes reagen As-1 dan 3 tetes reagen As-2, diaduk, ditunggu selama 3 menit, selanjutnya ditambahkan 5 tetes reagen As-3, 2 tetes reagen As-4, dan 4 tetes reagen As-5, diaduk. Timbulnya warna atau endapan coklat menunjukkan adanya As dalam sampel.

Penentuan Kadar Timbal (Pb) dalam Makanan/Minuman
Metode Spektrofotometri

1. Ruang Lingkup

Uji timbal Pb dalam makanan dengan cara ditizon menggunakan spektrofotometer.

2. Prinsip

Ion Pb dalam suasana asam dengan penambahan larutan pereduksi citrat-cyanida diekstraksi dengan ditizon dalam kloroform ($CHCl_3$) membentuk senyawa komplek Pb ditizonat yang bewarna merah. Warna yang terbentuk diukur dengan spektrofotometer pada λ = 510 nm.

3. Peralatan:

a. Spektrofotometer dengan λ = 510 nm, dan lintasan cahaya minimum 1 cm.

b. Buret

c. pH meter

d. Corong pemisah 250 mL dan alat gelas lainnya. Semua gelas termasuk botol contoh uji dibersihkan dengan asam nitrat (HNO_3) 1 : 1 dan dibilas dengan air suling bebas Pb.

4. Reagensia

a. Larutan induk Pb, larutkan 1599 mg timbal nitrat ($Pb(NO_3)_2$) dengan minimum kemurnian 99,5% dalam 200 mL air suling, kemudian tambahkan asam nitrat pekat dan encerkan dengan air suling sampai 1000 mL

b. Larutan standar kerja Pb (1 mL = 0,1 mg Pb) dibuat dengan mengambil 20 mL larutan induk Pb encerkan dengan air suling sampai 1000 mL.

c. Larutan pereduksi sitrat-sianida

Larutkan 400 g Dibasic amonium sitrat [$(NH_4)_2HC_6H_5O_7$], 20 g Natrium sulfat anhidrat (Na_2SO_4), 10 g Hidroksilamin hidroklorida ($NH_2OH.HCl$) dan 40 g Kalium sianida (KCN) dengan air suling dan encerkan sampai 1 liter. Campur larutan ini dengan 2 L amonium hidroksida pekat.

d. Larutan induk ditizon

Larutkan 100 g ditizon (diphenyl thiocarbonate) dengan 1 L kloroform. Simpan dalam botol cokelat di dalam almari es dan digunakan dalam keadaan dingin.

e. Larutan kerja ditizon:

Larutkan 100 mL larutan induk ditizon sampai 250 mL dengan kloroform. 1 mL kloroform = 40 ug ditizon.

5. Prosedur Kerja

a. Pembuatan kurva kalibrasi

1) Buat seri larutan standar Pb (0,0; 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 mg/L) dengan cara pipet 0,0; 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; dan 2,0 mL larutan standar kerja Pb (1 mL = 0,1 mg Pb) ke dalam labu ukur 100 mL, tambah air suling masing-masing sampai tanda tera.

2) Lanjutkan seperti pada cara kerja di bawah (5.b).

3) Buat grafik, serapan (absorbansi) versus konsentrasi (mg/L).

b. Cara pengujian

1) Masukkan 20 mL sampel (yang sudah dipreparasi) ke corong pisah 100 mL.

2) Tambah 10 mL larutan pereduksi sitrat-sianida, campur, tambah 10 mL larutan kerja ditizon.

3) Tutup corong pisah, goyangkan sekali goyangan, gas dikeluarkan, goyangkan lagi dan gas dikeluarkan lagi sampai gas habis, selanjutnya digojok dengan kuat selama 30 detik, biarkan lapisan memisah.

4) Keluarkan lapisan bawah, 1 - 2 mL yang pertama dibuang, kemudian lapisan selanjutnya tampung pada tabung reaksi bertutup.

5) Cairan sebanyak 2 mL pindahkan ke cuvet, ukur serapan ekstrak Pb pada panjang gelombang 510 nm dengan larutan standar Pb 0,0 mg/L sebagai blanko, dan kadar Pb (dalam satuan mg/L) dihitung dengan kurva kalibrasi.

formalin

Uji cepat formalin didasarkan pada pembentukan warna ungu dari reaksi antara formaldehid (formalin) dengan 4-amino-3-hidrazino-5-mercapto-1,2,4-triazole

cara kerja

1. Jika contoh berupa minuman, contoh diambil sekitar 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Jika contoh berupa makanan, contoh digerus sampai halus, diambil sebagian (sekitar 1-2 g), dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan akuades sekitar 5 mL, digojok sekitar 1menit, disaring dengan kertas saring, filtrat (± 1 mL) dimasukkan ke dalam tabung reaksi.
2. Ditambahkan 3-5 tetes pereaksi I formalin dengan hati-hati tetes demi tetes. Botol pereaksi segera ditutup kembali.
3. Ditambahkan pereaksi II formalin ± 1 mg (menggunakan ujung stik yang tersedia) ke dalam tabung, digojok, didiamkan sekitar 5 menit. Terbentuknya warna ungu mengindikasikan adanya formalin dalam contoh makanan/minuman.

Sianida

Uji cepat sianida didasarkan kepada pembentukan warna ungu dari hasil reaksi CNCl dengan pyridine-asam barbiturat.

cara kerja

1. Jika contoh berupa minuman, contoh diambil sekitar 5 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Jika contoh berupa makanan, contoh digerus sampai halus, diambil sebagian (± 5 g), dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan akuades ± 10 mL, digojok sekitar 1 menit, disaring dengan kertas saring, filtrat (± 5 mL) dimasukkan ke dalam tabung reaksi.
2. Ditambahkan pereaksi CN-1A sebanyak 1 sendok (menggunakan sendok yang tersedia pada botol reagen), digojok hingga reagen larut.
3. Ditambahkan pereaksi CN-2A sebanyak 1 sendok (menggunakan sendok yang tersedia pada botol reagen), digojok hingga reagen larut.
4. Ditambahkan pereaksi CN-3A sebanyak 3 tetes, dicampur/digojok, ditunggu 5 menit. Timbulnya warna ungu menunjukkan adanya sianida (CN^-) dalam sampel makanan/minuman

Rhodamin B

Uji cepat rhodamin B didasarkan pada pembentukan warna ungu lembayung dari senyawa kompleks antara rhodamin B dengan garam antimon yang larut dalam pelatur organik.

cara kerja

1. Jika contoh berupa minuman, contoh diambil sekitar 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Jika contoh berupa makanan, contoh digerus sampai halus, diambil sebagian (sekitar 1-2 g), dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan akuades sekitar 5 mL, digojok sekitar 1menit, disaring dengan kertas saring, filtrat (± 1 mL) dimasukkan ke dalam tabung reaksi.
2. Ditambahkan pereaksi I rhodamin B sebanyak 10-20 tetes, digojok
3. Ditambahkan pereaksi II rhodamin B sebanyak 5 tetes, digojok
4. Ditambahkan pereaksi III rhodamin B sebanyak 10-20 tetes, digojok dengan hati-hati. Terbentuknya warna ungu mengindikasikan adanya rhodamin B dalam contoh makanan/minuman.

---

metanil yellow

Uji cepat metanil yellow didasarkan pada pembentukan warna ungu kecoklatan dari metanil yellow pada kondisi asam

---

cara kerja

1. Jika contoh berupa minuman, contoh diambil sekitar 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Jika contoh berupa makanan, contoh digerus sampai halus, diambil sebagian (sekitar 1-2 g), dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan akuades sekitar 5 mL, digojok sekitar 1menit, disaring dengan kertas saring, filtrat (± 1 mL) dimasukkan ke dalam tabung reaksi.
2. Ditambahkan 3-5 tetes pereaksi metanil yellow dengan hati-hati tetes demi tetes. Botol pereaksi segera ditutup kembali.
3. Digojok dengan hati-hati. Terbentuknya warna ungu kecoklatan mengindikasikan adanya metanil yellow dalam contoh makanan/minuman.

---

borax

Uji cepat borax dalam makanan.minuman ini didasarkan pada pembengtukan warna merah dari rososianin hasil reaksi antara boron dengan kurkumin

cara kerja

1. Jika contoh berupa minuman, contoh diambil sekitar 1 mL, dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Jika contoh berupa makanan, contoh digerus sampai halus, diambil sebagian (sekitar 1-2 g), dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan akuades sekitar 5 mL, digojok sekitar 1menit, disaring dengan kertas saring, filtrat (± 1 mL) dimasukkan ke dalam tabung reaksi.
2. Ditambahkan 10-20 tetes pereaksi I borax dengan hati-hati tetes demi tetes (botol pereaksi segera ditutup kembali), digojok dengan hati-hati selama beberapa menit.
3. Dicelupkan ujung kertas pereaksi II borax ke dalam cairan pada tabung reaksi tersebut, selanjutnya kertas pereaksi diangin-anginkan dan dibiarkan terkena sinar matahari selama 10 menit. Warna kemerahan pada kertas pereaksi mengindikasikan adanya borax dalam contoh makanan/minuman.

.