

Analisis Kadar Logam Timbal Dan Arsenik Dalam Tanah Dengan Spektrometri Serapan Atom

M. Nasir*, Sulastri, Michelia Mutiara Hilda

Program Studi Kimia FKIP Universitas Syiah Kuala, Darussalam Banda Aceh 23111

*Corresponding Author: nasirmara@unsyiah.ac.id

Abstrak. Telah dilakukan penelitian tentang analisis logam berat timbal (Pb) dan arsenik (As) dalam tanah dengan menggunakan teknik spektrometri serapan atom. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar logam berat timbal dan arsenik dalam tanah kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala. Sampel pada penelitian ini yaitu tanah dari 3 kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala yang terdiri dari kebun percobaan 1, 2 dan 3. Sebagai pembanding menggunakan tanah dari kebun masyarakat dan tanah bebas pupuk dan pestisida. Destruksi sampel menggunakan pelarut HNO_3 pekat. Pada suhu 175°C pada tekanan 1 atm selama 26 menit, pengukuran kadar logam timbal dilakukan pada panjang gelombang 217,00 nm dan pengukuran kadar logam arsenik diukur pada panjang gelombang 193,70 nm dengan teknik *Vapour Generator Hydride* (VGH). Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada ketiga lahan tanah kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala yaitu tanah kebun percobaan 1, 2, dan 3 tidak terdeteksi adanya logam berat timbal. Tanah pada kebun percobaan 2 dan 3 juga tidak terdeteksi adanya logam berat arsen. Tetapi terdeteksi pada tanah kebun percobaan 1 sebesar 1,6860 ppm (0,0001686%), kebun masyarakat sebagai pembanding yaitu sebesar 0,6607 ppm (0,00006607%) dan tanah kontrol yaitu sebesar 0,1822 ppm (0,00001822%). Mengacu pada nilai ambang batas standar dapat disimpulkan kadar logam ini masih dalam batas aman.

Kata kunci: tanah, spektrometri serapan atom, timbal, arsen

Abstract. There has been a study of the analysis of heavy metals of lead (Pb) and arsenic (As) in soils by using atomic absorption spectrometry techniques. This study aims to determine the concentration of heavy metals lead and arsenic in soil experimental garden Faculty of Agriculture, Syiah Kuala University. The sample in this research is the soil from 3 experimental farms of the Faculty of Agriculture of Syiah Kuala University consisting of experimental garden 1, 2 and 3. For comparison using land from the community garden and fertiliser-free soil and pesticide. Destruction of the sample was performed using concentrated HNO_3 . At 175°C and 1 atm pressure for 26 minutes, measurement of lead metal content was carried out at a wavelength of 217.00 nm and measurement of arsenic metal content was measured at a wavelength of 193.70 nm by a Vapor Generator Hydride (VGH) technique. The results showed that in the three experimental land soil of Faculty of Agriculture of Syiah Kuala University, experimental land 1, 2, and 3 did not detect the presence of heavy metal of lead. The soil in experimental garden 2 and 3 also not detected the presence of heavy metal arsenic. But it was detected on experimental land 1 1.6860 ppm (0.0001686%), community garden as comparison 0.6607 ppm (0,00006607%) and control soil 0.1822 ppm (0.00001822%). Referring to the standard threshold value it can be concluded that this metal content is still within safe limits.

Keywords: soil, atomic absorption spectrometry, lead, arsenic

PENDAHULUAN

Lahan pertanian banyak digunakan oleh masyarakat untuk menanam tanaman. Umumnya untuk menghasilkan tanaman yang subur, cukup unsur hara dan bebas dari hama pengganggu biasanya menggunakan pupuk dan pestisida. Pupuk dan pestisida mengandung logam Pb dan As dapat berdampak buruk bagi kesehatan. Timbal dan arsen memiliki tingkat

toksistas yang sangat tinggi karena termasuk dalam logam berat (Istarani dan Pandebesie, 2014). Logam timbal dan arsen merupakan unsur logam yang massa jenisnya lebih besar dari 5

gram/cm³. Oleh karena itu kedua logam tersebut termasuk ke dalam logam berat. Logam berat adalah unsur yang memiliki berat lebih besar dari 4 atau 5 gram/cm³ dan memiliki pengaruh yang spesifik terhadap biokimiawi hewan serta tumbuhan. Beberapa logam berat yang berbahaya karena toksisitasnya dan sering mencemari lingkungan adalah logam merkuri (Hg), timbal (Pb), arsenik (As), kadmium (Cd), kromium (Cr), dan nikel (Ni) (Sarjono, 2009).

Logam berat di atas ambang yang diperbolehkan berpotensi sebagai racun pada tumbuhan, hewan dan manusia. Logam berat yang paling sering mencemari lingkungan adalah Hg, Pb, As, Cd dan Cr (Notohadiprawiro, 2006). Logam As, Hg, Pb dan Cd adalah logam non esensial yang sama sekali belum diketahui kegunaannya dan dalam jumlah mikro atau konsentrasi rendah logam ini dapat menyebabkan keracunan (Sarjono, 2009).

Penggunaan pupuk dan pestisida secara terus menerus di lahan kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala oleh dosen dan mahasiswa yang melakukan penelitian dan praktikum dapat menyebabkan terjadinya polutan pada tanah. Hal tersebut dapat berdampak negatif pada tanaman yang ditanami pada tanah tersebut dan juga berdampak terhadap kesehatan manusia serta hewan ternak. Beberapa cara yang dapat dilakukan untuk mengatasi polutan pada tanah akibat logam berat yang berasal dari pupuk dan pestisida yaitu dengan adanya usaha fitoremediasi, bioremediasi dan penambahan bahan organik pada tanah yang tercemar. Kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala belum adanya pengecekan lahan dan perlakuan terhadap usaha-usaha tersebut untuk mengatasi terjadinya polutan pada tanah, akan tetapi ada beberapa kebun yang dilakukan adanya penambahan bahan organik pada bidang lahan tertentu.

Tanah kebun percobaan Fakultas Pertanian yang terus menerus digunakan sebagai lahan percobaan yang menggunakan pupuk dan pestisida memungkinkan terdapat logam berat timbal dan arsen. Pupuk dan pestisida secara terus menerus dapat menyebabkan kadar logam berat di dalam tanah menjadi meningkat, sehingga dapat menyebabkan keracunan. Penggunaan pupuk anorganik jenis fosfat pada dampak negatifnya apabila digunakan dalam jangka waktu yang lama dapat menurunkan produktivitas lahan pertanian (Modaihsh & Mahjoub, 2004).

Keberadaan kadar air dan tingkat keasaman (pH) dalam tanah mempengaruhi keberadaan logam berat yang terkandung dalam tanah. Semakin sedikit kadar air dalam tanah maka keberadaan logam berat dalam tanah tersebut dapat meningkat karena keberadaan bahan organik tanah (BOT) yang dapat menyerap logam berat akan semakin sedikit (Sutedjo dan Kartasapoetra, 1991). Toksisitas logam berat akan semakin meningkat apabila pH tanah semakin rendah, sebaliknya logam berat akan mengalami pengendapan apabila nilai pH pada tanah tersebut semakin tinggi sehingga toksisitasnya logam berat dalam tanah dapat berkurang (Kasan dkk., 2015).

Penentuan logam berat Pb dan As dalam tanah pada kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala sangat diperlukan untuk mengetahui bagaimana kondisi tanah apakah keadaan tanah sudah tercemar dengan logam berat. Hasil penelitian ini dapat menentukan kadar logam berat dalam tanah apakah masih dalam batas aman atau sudah membahayakan, dan menjadi dasar dalam pengelolaan lahan percobaan. Metode penentuan logam berat dalam tanah pada percobaan ini menggunakan metode spektrometri serapan atom (SSA) karena dengan metode ini penentuan kadar logam-logam di dalam sampel dapat ditentukan secara kuantitatif dan metode SSA sangat sensitif dalam pengukuran besarnya kadar logam, sehingga akurasi dan presisi dapat terpenuhi.

METODE

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Pendidikan Kimia Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan Universitas Syiah Kuala dan Balai Riset dan Standardisasi Industri Nasional Banda Aceh pada bulan Februari sampai Maret 2018.

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini umumnya menggunakan alat-alat merck yaitu Spektrometer Serapan Atom (SSA) (AA-700 Shimadzu), *Hydride Vapour Generator* (HVG-1 Shimadzu), saringan 200 mesh, *Microwave Sample Preparation System* (Perkin Elmer), neraca analitik, hot plate, pipet volume, gelas kimia, labu ukur, erlenmeyer, corong, botol akuades, spatula, pH meter, cawan porselin, oven, pipet mikro, pipet gondok, cangkul dan bor tanah. Bahan-bahan yang digunakan yaitu tanah, asam nitrat (HNO₃) 65% p.a, asam klorida (HCl) 37% p.a, natrium borohidrida (NaBH₄), asam arsenat (H₃AsO₄), timbal (II) nitrat (Pb(NO₃)₂), aquades (H₂O), natrium hidroksida (NaOH), kalium iodida (KI), kantong plastik dan kertas saring whatman No. 41.

Destruksi Sampel Tanah

Ditimbang sampel tanah kering sebanyak 0,3 gram ditambahkan 10 mL HNO₃ pekat dan dibiarkan selama 10 menit. Dipanaskan pada suhu 175°C pada tekanan 1 atm sampai jernih selama 26

menit menggunakan *microwave sample preparation system*. Dimasukkan filtrat ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquades sampai dengan tanda batas. Disaring menggunakan kertas saring dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer (SNI 3554: 2015).

Pembuatan Larutan Standar Timbal (Pb)

Dibuat larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 100 ppm dengan memindahkan 10 mL larutan standar 1000 ppm ke dalam labu takar 100 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 N sampai tanda batas, digojok hingga homogen. Kemudian dibuat larutan standar Pb dengan variasi konsentrasi 0 ppm; 1 ppm; 2 ppm; 5 ppm dan 10 ppm dengan cara dipindahkan masing-masing 1 mL; 2 mL; 5 mL dan 10 mL larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 100 ppm berturut turut ke dalam labu takar 100 mL yang dimulai dari pengambilan 1 mL larutan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 100 ppm untuk membuat larutan standar Pb 1 ppm dan seterusnya. Larutan diencerkan sampai tanda batas dengan menggunakan HNO_3 0,5 N dan digojok (SNI 3554 : 2015).

Pembuatan Larutan Standar Arsen (As)

Dibuat larutan standar H_3AsO_4 10 ppm dengan cara diambil sebanyak 1 mL larutan induk H_3AsO_4 1000 ppm, lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 N sampai dengan tanda batas. Kemudian larutan diencerkan dengan membuat konsentrasi larutan menjadi 100 ppb dengan cara diambil 1 mL larutan standar 10 ppm dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 N sampai dengan tanda batas. Disiapkan larutan standar As dengan variasi konsentrasi 1 ppb; 2 ppb; 10 ppb dan 25 ppb dengan cara diambil masing-masing 1 mL; 2 mL; 10 mL dan 25 mL larutan standar H_3AsO_4 100 ppb, masing- masing dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan HNO_3 0,5 N sampai tanda batas dan digojok hingga homogen (SNI 3554 : 2015). Pembuatan larutan standar As pada konsentrasi tersebut dimulai dari pengambilan 1 mL larutan standar H_3AsO_4 100 ppb untuk membuat larutan standar As 1 ppb dan seterusnya.

Pengukuran Kadar Timbal (Pb) dengan SSA

Absorbansi masing-masing larutan standar diukur dengan menggunakan SSA sistem nyala pada panjang gelombang 217,00 nm. Kurva kalibrasi dibuat dengan memplot konsentrasi (sumbu X) terhadap absorbansi (sumbu Y). Kemudian untuk penentuan kadar Pb dalam sampel, diambil 100 mL larutan sampel dan diukur absorbansi sampel pada panjang gelombang 217,00 nm.

Pengukuran Kadar Arsen (As) dengan SSA dan VHG Accesories

Kadar logam As diukur menggunakan SSA dan *hydre vapour generator* yang dihubungkan dengan larutan HCl pekat dan NaBH_4 yang direaksikan dengan NaOH. Diukur absorbansi larutan standar dengan masing-masing konsentrasi pada panjang gelombang 193,70 nm. Kurva kalibrasi dibuat dengan memplot konsentrasi (sumbu X) terhadap absorbansi (sumbu Y). Kemudian untuk penentuan kadar As dalam sampel, diambil 20 mL larutan sampel dan ditambahkan 5 mL larutan KI 20%, diukur absorbansi sampel pada panjang gelombang 193,70 nm.

Uji Kadar Air

Ditimbang masing-masing sampel sebanyak 10 gram pada cawan porselin yang sudah diketahui bobotnya. Dimasukkan ke dalam oven dan dikeringkan selama 16 jam pada suhu 105°C. Didinginkan dalam desikator dan ditimbang setelah mencapai suhu kamar (Kasan dkk., 2015).

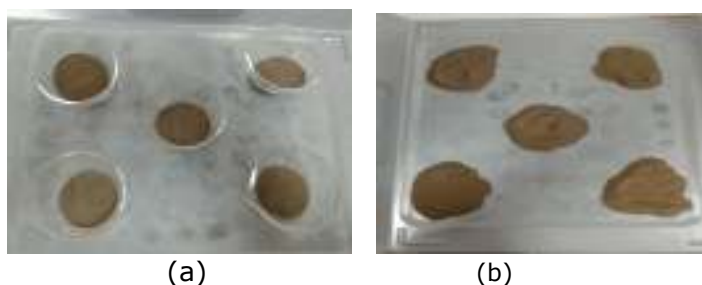
Uji Tingkat Keasaman pada Tanah

Ditimbang sampel sebanyak 10 gram, lalu sampel dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambah 50 mL aquades dan diaduk kemudian diukur menggunakan pH meter (Eviati dan Sulaeman, 2009).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kadar Air Sampel

Pengukuran kadar air yang dilakukan pada sampel merupakan cara gravimetri. Sampel yang telah dikeringkan didinginkan dalam desikator dan ditimbang. Sampel yang telah dikeringkan didinginkan dalam desikator agar sampel yang telah dikeringkan tidak kembali mengikat air (Kurniasih dan Kartika, 2011). Sampel tanah kebun percobaan 1, tanah kebun percobaan 2, tanah kebun percobaan 3, tanah kebun masyarakat, dan tanah kontrol sebelum dan setelah pengeringan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. (a) Sampel tanah sebelum pengeringan dan (b) Setelah pengeringan

Kadar air ideal maksimal yang terkandung dalam tanah yaitu sebesar 25%, semakin sedikit kadar air dalam tanah maka keberadaan logam berat dalam tanah tersebut dapat meningkat karena keberadaan bahan organik tanah (BOT) yang dapat menyerap logam berat akan semakin sedikit (Sutedjo & Kartasapoetra, 1991). Hasil pengukuran kadar air dalam sampel tanah kebun percobaan 1, tanah kebun percobaan 2, tanah kebun percobaan 3, tanah kebun masyarakat dan tanah kontrol dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengukuran kadar air sampel tanah

No	Jenis Sampel	Kode Sampel	Berat Awal (g)	Berat Akhir (g)	Kadar Air (%)
1	Tanah kebun percobaan 1	(T1)	10,004	9,748	2,558
2	Tanah kebun percobaan 2	(T2)	10,004	9,545	4,588
3	Tanah kebun percobaan 3	(T3)	10,005	9,460	5,447
4	Tanah kebun masyarakat	(TM)	10,002	9,645	3,569
5	Tanah kontrol	(TK)	10,006	9,475	5,306

Hasil pengukuran kadar air dari masing-masing sampel berkisar sebesar 2,558–5,447%. Hal ini menunjukkan kadar air yang paling sedikit yaitu pada tanah kebun percobaan 1, dimana semakin sedikit kadar air tanah maka kadar logam berat dalam tanah akan semakin meningkat.

Tingkat Keasaman (pH) Sampel

Sifat kelarutan logam berat dalam tanah dipengaruhi oleh nilai pH tanah. pH normal pada tanah yaitu berkisar sekitar 6 - 8,5. pH tanah yang rendah dapat melepaskan ion logam berat ke dalam kolom air. Selain itu pengaruh pH pada tanah juga dapat mempengaruhi toksisitas keberadaan senyawa kimia seperti logam berat. Toksisitas logam berat akan semakin meningkat apabila pH tanah semakin rendah, sebaliknya logam berat akan mengalami pengendapan apabila nilai pH pada tanah tersebut semakin tinggi sehingga toksisitasnya logam berat dalam tanah dapat berkurang (Kasan dkk., 2015). Hasil penelitian pengukuran pH tanah pada masing-masing sampel dapat dilihat pada Tabel 2.

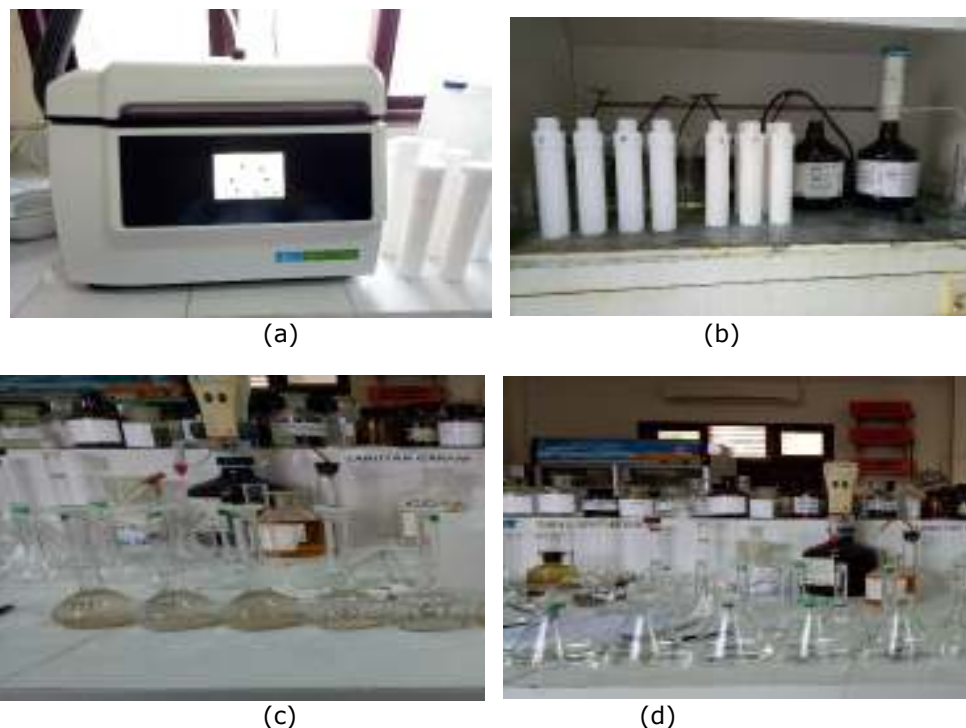
Tabel 2. Tingkat keasaman (pH) berdasarkan jenis sampel

No	Jenis Sampel dan	Kode Sampel	Ph
1	Tanah kebun percobaan 1	(T1)	7,59
2	Tanah kebun percobaan 2	(T2)	6,59
3	Tanah kebun percobaan 3	(T3)	6,59
4	Tanah kebun masyarakat	(TM)	7,51
5	Tanah kontrol	(TK)	8,35

Hasil pengukuran pH dari kelima sampel tersebut berkisar antara 6–8. Pengukuran pH masing-masing sampel tanah masih berada dalam keadaan normal. Pengukuran pH sampel dilakukan dengan menggunakan pH meter.

Destruksi Sampel Tanah

Dilakukan destruksi basah, dimana destruksi ini dilakukan untuk merusak bahan organik yang terkandung dalam sampel sehingga hanya meninggalkan logam berat dalam bentuk larutan dalam sampel tersebut. Sebelum dimasukkan dalam *microwave*, sampel ditambahkan 10 mL pelarut HNO_3 pekat. Asam nitrat berfungsi sebagai pengoksidasi sampel.



Gambar 2. (a) Proses destruksi sampel menggunakan *Microwave Sample Preparation System*, (b) Teplon wadah sampel, (c) Sampel hasil destruksi sebelum penyaringan, dan (d) Sampel siap analisis secara spektrometri serapan atom

Analisis Pengukuran Kadar Timbal (Pb)

Pengukuran kadar timbal (Pb) dalam masing-masing sampel tanah menggunakan spektrometri serapan atom (SSA). Larutan standar timbal dibuat dengan variasi konsentrasi 0; 1; 2; 5 dan 10 ppm. Pengukuran kadar logam berat arsenik dalam sampel tanah tersebut dilakukan berdasarkan parameter alat spektrometri serapan atom. Data hasil pengukuran absorbansi diplot terhadap konsentrasi larutan standar timbal dan sampel dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Data hasil pengukuran larutan standar timbal dan sampel dengan spektrometri serapan atom

Larutan	Konsentrasi Larutan Standar (ppm)	Absorbansi
Standar	0	-0,0004
	1	0,0213
	2	0,0428
	5	0,1084
	10	0,2135
Sampel	T1	-0.0008
	T2	-0.0016
	T3	-0.0014
	TM	-0.0023
	TK	-0.0032
Blanko	Blk	-0.0036

Analisis Pengukuran Kadar Arsen (As)

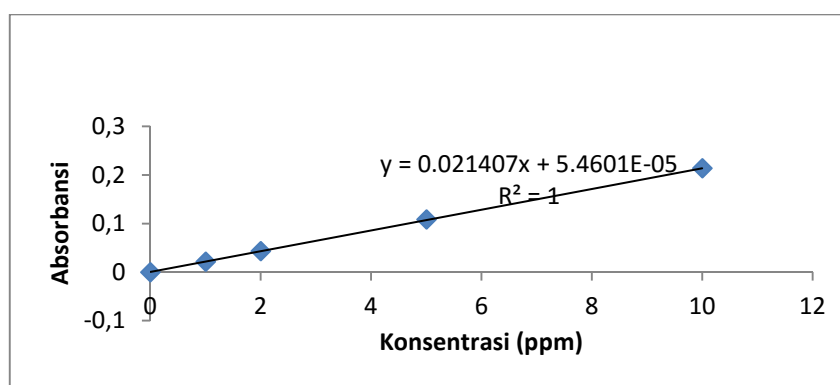
Pengukuran kadar arsen (As) dalam masing-masing sampel tanah menggunakan SSA dengan teknik VGH. Larutan standar arsen dibuat dengan variasi konsentrasi 0; 1; 2; 10 dan 25 ppb. Pengukuran kadar logam berat arsenik dalam sampel tanah tersebut dilakukan berdasarkan parameter alat spektrometri serapan atom. Data hasil pengukuran absorbansi diplot terhadap konsentrasi larutan standar arsenik dan sampel dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data hasil pengukuran larutan standar arsenik dan sampel dengan SSA

Larutan	Konsentrasi Larutan Standar (ppb)	Absorbansi
Standar	0	0,0972
	1	0,0956
	2	0,1257
	10	0,1698
	25	0,3009
Sampel	T1	0.2492
	T2	-0.0050
	T3	-0.0056
	TM	0.1573
	TK	0.1157
Blanko	Blk	0.1001

Penentuan Kurva Kalibrasi Timbal (Pb)

Penentuan kurva kalibrasi dimulai dari pembuatan larutan standar. Larutan standar timbal dibuat dari larutan standar induk 1000 ppm untuk membuat variasi konsentrasi 1; 2; 5 dan 10 ppm dengan mengencerkan larutan standar induk timbal 1000 ppm menjadi 100 ppm. Larutan standar timbal 100 ppm kemudian diencerkan menjadi larutan standar timbal dengan variasi konsentrasi 1; 2; 5 dan 10 ppm dalam labu ukur 100 mL. Pengukuran absorbansi masing-masing larutan standar timbal tersebut diukur pada panjang gelombang 217,00 nm. Hasil dari pengukuran absorbansi larutan standar kemudian diplotkan untuk memperoleh kurva kalibrasi dan persamaan linear. Kurva kalibrasi dari larutan standar berfungsi sebagai standar untuk menentukan konsentrasi dari larutan timbal. Kurva kalibrasi larutan standar timbal dapat dilihat pada Gambar 3.



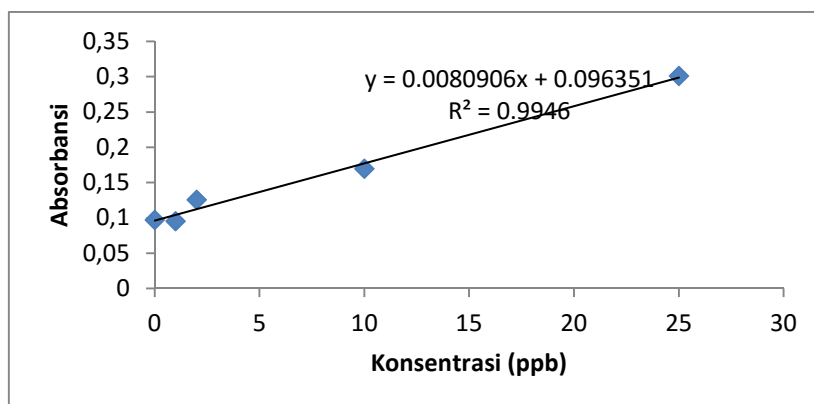
Gambar 3. Kurva kalibrasi larutan standar timbal (Pb)

Persamaan dari kurva kalibrasi larutan standar timbal Gambar 13 menunjukkan persamaan linear larutan standar timbal yaitu $y = 0.021407x + 5.4601 \times 10^{-5}$ dengan nilai koefisien korelasi $r = 1$. Nilai intersep yang didapat lebih kecil dari nilai slope, maka pada persamaan tersebut menunjukkan tidak adanya faktor pengganggu yang besar terhadap analit tersebut. Nilai koefisien dari korelasi larutan standar arsen yang diperoleh menunjukkan bahwa respon yang diberikan oleh alat terhadap konsentrasi analit telah memberikan syarat sehingga persamaan yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linear terhadap konsentrasi dengan absorbansi.

Konsentrasi dari masing-masing sampel yang diperoleh dari persamaan kurva kalibrasi yaitu pada sampel tanah kebun percobaan 1, kebun percobaan 2, kebun percobaan 3, kebun masyarakat, dan tanah kontrol berturut turut sebesar -0.0399; -0.0773; -0.0679; -0.1100 dan -0.1520 ppm.

Penentuan Kurva Kalibrasi Arsen (As)

Larutan standar arsen dibuat dari larutan standar induk 1000 ppm untuk membuat variasi konsentrasi 1; 2; 10 dan 25 ppb dengan mengencerkan larutan standar induk arsen 1000 ppm menjadi 10 ppm. Larutan standar arsen 10 ppm kemudian diencerkan kembali menjadi 100 ppb untuk membuat larutan standar arsen dengan variasi konsentrasi 1; 2; 10 dan 25 ppb dalam labu ukur 100 mL. Pengukuran absorbansi masing-masing larutan standar tersebut diukur pada panjang gelombang 193,7 nm. Kurva kalibrasi larutan standar arsen dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Kurva kalibrasi larutan standar arsen (As)

Persamaan dari kurva kalibrasi larutan standar arsen pada Gambar 14 menunjukkan persamaan linear pada larutan standar arsen yaitu $y = 0,0080906x + 0,096351$ dengan nilai koefisien korelasi $r = 0,9946$. Nilai intersep yang didapat pada persamaan yaitu 0,096351 sedangkan nilai slope yaitu 0,0080906. Nilai intersep yang didapat lebih besar dari nilai slope. Maka pada persamaan ini menunjukkan banyaknya faktor pengganggu terhadap analit dan juga karena rentang konsentrasi yang terlalu jauh. Nilai koefisien dari korelasi larutan standar arsen yang diperoleh menunjukkan bahwa respon yang diberikan oleh alat terhadap konsentrasi analit telah memberikan syarat sehingga persamaan yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linear terhadap konsentrasi dengan absorbansi. Konsentrasi dari masing-masing sampel yang diperoleh dari persamaan kurva kalibrasi yaitu pada sampel tanah kebun percobaan 1, kebun percobaan 2, kebun percobaan 3, kebun masyarakat, dan tanah kontrol berturut turut sebesar 18.8921; -12.5270; -12.6012; 7.5333 dan 2.3915 ppb.

Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb)

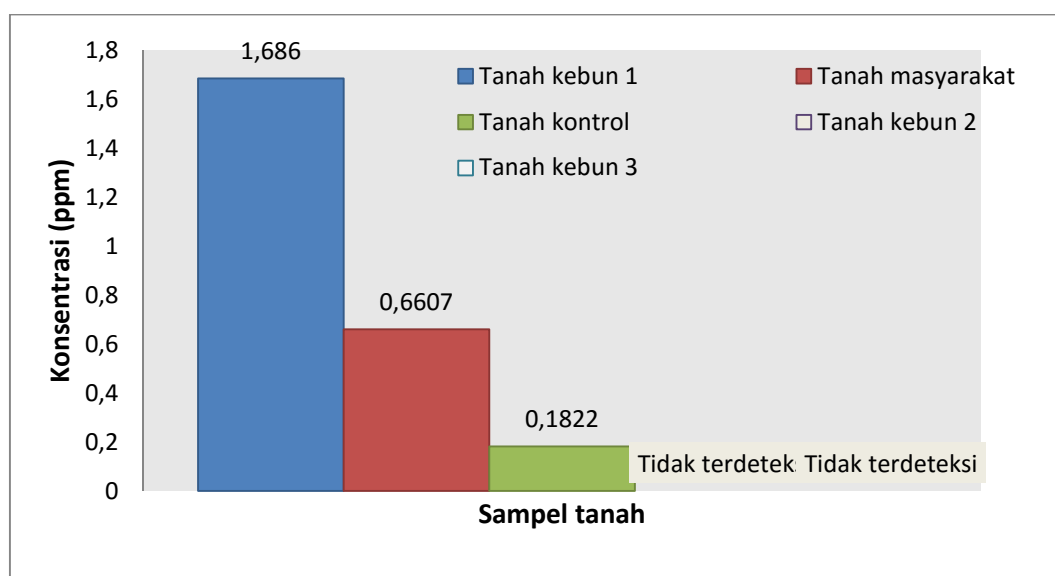
Setelah melakukan analisis logam berat timbal menggunakan spektrometri serapan atom maka kadar logam berat yang terdapat pada masing-masing sampel dapat diketahui. Pada kelima sampel setelah dianalisis tidak terdeteksi keberadaan logam beratnya. Hal ini ditunjukkan oleh absorbansi yang diperoleh dari sampel bernilai negatif sehingga konsentrasi yang dihasilkan juga akan bernilai negatif. Konsentrasi sampel yang dihasilkan sangat rendah atau bernilai negatif seharusnya perlu dilakukannya penambahan larutan standar adisi. Metode adisi standar dilakukan dengan adanya penambahan larutan standar yang diketahui konsentrasinya untuk meminimalkan kesalahan yang disebabkan dari berbagai matriks (Suriansyah dkk., 2012). Kadar logam berat timbal dalam kelima sampel tersebut berada di bawah batas deteksi alat yaitu 0,0008. Apabila dalam sampel terdeteksi logam timbal yang keberadaannya di atas batas deteksi alat yaitu 0,0008 maka absorbansi masing-masing sampel akan bernilai positif karena menyerap sinar katoda. Pengujian analisis logam timbal pada sampel tanah pada ke 3 kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala dan sampel pembandingan yaitu tanah kebun masyarakat masih aman dari keberadaan logam berat timbal sehingga aman digunakan untuk menanam tanaman.

Tidak terdeteksinya keberadaan logam berat dalam sampel tanah pada 3 kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala serta sampel tanah kebun masyarakat di Limpok, Darussalam, Aceh Besar disebabkan karena pada penanaman tanaman di kebun tersebut dilakukan

secara bergilir terhadap jenis tanaman yang ditanam dengan jeda waktu yang cukup lama. Terutama adanya penanaman tanaman seperti kangkung yang dapat menyerap logam berat disetiap semester perkuliahan mahasiswa ketika melakukan percobaan di lahan pertanian dan juga adanya pergiliran menanam tanaman kangkung di kebun masyarakat dan pemberian aturan pupuk yang teratur dengan tidak berlebihan serta adanya pemberian bahan organik seperti jerami padi, ampas tahu dan abu sekam yang dapat menyerap logam berat dengan membentuk senyawa kompleks sehingga dapat mengurangi keberadaan logam berat dalam tanah.

Penentuan Kadar Logam Arsen (As)

Kadar logam berat dalam sampel dapat diketahui dari nilai absorbansi sampel dan konsentrasi sampel yang didapat dari persamaan kurva kalibrasi dan kemudian dihitung kadarnya. Analisis logam arsen menunjukkan ada 3 sampel tanah yang positif mengandung logam berat arsen yaitu sampel tanah kebun percobaan 1, sampel tanah kebun masyarakat dan sampel tanah kontrol yang berturut turut sebesar 1,6860 ppm (0,0001686%); 0,6607 ppm (0,00006607%) dan 0,1822 ppm (0,00001822%). Sedangkan sampel tanah kebun percobaan 2 dan 3 tidak terdeteksi adanya logam berat arsen.



Gambar 5. Grafik konsentrasi logam berat arsen dalam sampel tanah

Dari hasil tersebut dapat dilihat bahwa kandungan logam berat arsen pada sampel tanah kontrol adalah yang paling sedikit kadar logam arsenya dan pada sampel tanah kebun percobaan 1 adalah yang paling tinggi kadar logam arsenya. Meskipun kadar logam arsen pada tanah kebun percobaan 1 mencapai 1,6860 ppm namun kadar tersebut belum mencapai ambang batas kadar logam berat arsen dalam tanah yaitu 10 ppm berdasarkan Balai Penelitian Tanah Tahun 2002, sehingga tanah dalam kebun percobaan Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala serta tanah kebun masyarakat di Limpok, Darussalam, Aceh Besar masih aman digunakan sebagai lahan untuk menanam tanaman.

Terdeteksinya keberadaan logam berat arsen dalam sampel tanah kebun 1 dan mencapai lebih tinggi dari sampel lainnya disebabkan karena kebun percobaan 1 di Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala adalah kebun percobaan yang lebih intens digunakan terutama dalam penelitian mahasiswa dan dosen yang menggunakan pestisida untuk menjaga tanaman dari serangan serangga perusak tanaman. Insektisida yang digunakan seperti raydent 200 ec, winder 100 ec, dan samite 135 ec merk cap kapal terbang, decis dengan bahan aktif karakol, serta adanya penggunaan fungisida seperti dithane m-45. Hal ini sesuai pernyataan Direktorat Pupuk dan Pestisida Kementerian Pertanian Republik Indonesia (2016) bahwa pestisida Raydent 200 ec mengandung zat triazofos 200 g/L, winder 100 ec, zat imidakloropid 100 g/L, dan samite 135 ec, dan zat piridaben 135 g/L.

Dessicant dan defoliant adalah pestisida yang berfungsi untuk menggugurkan daun juga kadang – kadang digunakan sebagai pestisida pada tanaman di lahan kebun percobaan 1 dan 2 khususnya pada tanaman kedelai. Bahan yang digunakan yaitu seperti asam arsenik, folex, dan DEP. Defoliant adalah suatu zat yang digunakan untuk menggugurkan daun agar dapat mempermudah dalam proses panen

dan dessicant adalah zat yang digunakan untuk mengeringkan bagian daun tanaman dan beberapa bagian tanaman lainnya (Sudarmo, 1991).

Kebun percobaan 1 tidak pernah ditanami tanaman kangkung dan tidak adanya penambahan atau pemberian bahan organik pada tanah yang dapat menyerap logam berat. Berbeda dengan kebun percobaan 2, kebun percobaan 3 dan kebun masyarakat yang selalu ditanami kangkung yang dapat menyerap logam berat dalam tanah dan kebun percobaan 2 yang selalu dilakukannya pemberian bahan organik seperti jerami padi, ampas tahu dan pupuk organik seperti pupuk kandang, kompos, humus sehingga keberadaan logam berat dalam tanah dapat berkurang. Hal tersebut dapat menjadi penyebab beberapa keberadaan logam berat dalam tanah kebun percobaan 2 dan 3 terserap. Mahasiswa pertanian yang melakukan percobaan di kebun percobaan beberapa diantaranya menggunakan pupuk anorganik seperti TSP, NPK, KCl dan urea. Berdasarkan SNI standar kualitas pupuk kompos, arsenik yang terkandung pada pupuk kompos maksimalnya yaitu 13 mg/kg. Arsen yang terkandung dalam pupuk anorganik yaitu pupuk P dan pupuk N berturut 2-1200 dan 2,2-120 ppm (Erfandi dan Juarsah, 2009).

Kebun percobaan 3 jarang digunakan untuk praktikum menanam pada media tanah sehingga unsur hara dalam tanah masih sangat kurang karena pemberian pupuk yang jarang dilakukan pada lahan kebun tersebut dan juga jarang dilakukannya perlakuan dalam penggunaan pestisida pada tanaman di kebun tersebut. Meskipun kebun masyarakat juga sering ditanami tanaman kangkung dan tidak menggunakan pestisida namun kebun ini selalu menggunakan pupuk pada tanamannya dengan tidak adanya penambahan ataupun penggunaan bahan organik dan jeda waktu penanaman yang tidak lama yaitu satu minggu, berbeda dengan kebun percobaan Fakultas Pertanian yang melakukan jeda waktu penanaman yang lama yaitu 6 bulan sekali dalam sebuah bidang pada bedeng lahan kebun. Penggunaan pupuk dan pestisida di setiap kebun penelitian tersebut selalu menggunakan tata cara aturan pemakaian yang telah ditetapkan berdasarkan tata cara pemakaian pada kemasan produk.

Penentuan Batas Deteksi (LoD) dan Batas Kuantitasi (LoQ)

Batas Deteksi (LoD) adalah konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat terdeteksi, akan tetapi tidak perlu terkuantitasi di bawah pengujian yang disepakati. Batas Kuantitas (LoQ) adalah konsentrasi terendah dari analit yang dapat ditentukan dengan tingkat yang dapat diterima ketidapastiannya, juga harus ditetapkan dengan menggunakan pengukuran larutan standar yang sesuai. Biasanya pada titik terendah pada kurva kalibrasi tetapi tidak termasuk blanko (Riyanto, 2014). Hasil penentuan LoD dan LoQ logam timbal (Pb) dan arsen (As) dapat dilihat pada Tabel 5 dan 6.

Tabel 5. Data penentuan LoD dan LoQ logam timbal (Pb)

Konsentrasi (ppm) (X)	Absorbansi (Y)	Yi	Y-Yi	(Y-Yi) ²
0	-0,0004	0,000054601	-0,0003453	0,000000119
1	0,0213	0,02146	-0,00016	0,0000000256
2	0,0428	0,0428	0	0
5	0,1084	0,1070	0,0014	0,00000196
10	0,2135	0,2141	-0,0006	0,00000036
n = 5				$\Sigma = 0,000002464$
Sy/x = 0,000286				
LoD = 0,040 ppm				
LoQ = 0,13 ppm				

Berdasarkan data Tabel 5 menunjukkan bahwa nilai LoD yaitu sebesar 0,040 ppm dan nilai LoQ yaitu sebesar 0,13 ppm. Nilai LoD dan LoQ yang diperoleh lebih kecil dari pada konsentrasi terendah pada kurva kalibrasi, yaitu 1 ppm. Sehingga nilai serapan pada konsentrasi 1, 2, 5 dan 10 ppm valid dan persamaan kurva kalibrasi yang didapat untuk logam Pb dapat digunakan karna dari persamaan tersebut juga memiliki linearitas yang baik.

Tabel 6. Data penentuan LoD dan LoQ logam arsen (As)

Konsentrasi (ppb) (X)	Absorbansi (Y)	Yi	Y-Yi	(Y-Yi) ²
0	0,0972	0,096351	0,000849	0,00000072
1	0,0956	0,104441	-0,0088416	0,0000781
2	0,1257	0,112532	0,013167	0,000173
10	0,1698	0,177252	-0,007452	0,0000555
25	0,3009	0,298616	0,002284	0,00000522
n = 5				$\Sigma = 0,00031257$
Sy/x = 0,010207				
LoD = 3,784 ppb				
LoQ = 12,615 ppb				

Berdasarkan data Tabel 6 menunjukkan bahwa nilai LoD yaitu sebesar 3,784 ppb dan nilai LoQ yaitu sebesar 12,615 ppb. Nilai LoD dan LoQ yang diperoleh lebih besar dari pada konsentrasi terendah pada kurva kalibrasi, yaitu 1 ppb. Sehingga nilai serapan pada konsentrasi 1, 2 dan 10 ppb kurang valid. Sedangkan pengukuran pada konsentrasi 25 ppb memberikan respon yang signifikan dan memberikan kriteria yang cermat juga seksama. Meskipun demikian, persamaan kurva kalibrasi yang didapat untuk logam Pb dapat digunakan karna dari persamaan tersebut memiliki linearitas yang baik.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, peneliti menyimpulkan bahwa:

1. Tanah kebun percobaan 1, 2 dan 3 Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala belum terkontaminasi dengan logam timbal dan arsenik.
2. Kadar air pada sampel tanah kebun 1, kebun 2, kebun 3, tanah kebun masyarakat dan tanah kontrol berturut turut sebesar 2,558%; 4,588%; 5,447%; 3,569% dan 5,306%. Kebun percobaan 1 memiliki kadar air yang paling rendah, hal ini membuktikan dengan terdeteksinya kandungan logam berat dengan kadar yang paling tinggi dalam tanah kebun percobaan tersebut.
3. Tingkat keasaman (pH) sampel tanah kebun 1, kebun 2, kebun 3, tanah kebun masyarakat dan tanah kontrol berturut turut sebesar 7,59; 6,59; 6,59; 7,51 dan 8,35. Tingkat keasaman tanah (pH) yang bersifat basa menunjukkan bahwa tanah belum terkontaminasi logam berat timbal dan arsen dengan kadar yang tinggi.
4. Kadar logam berat arsen (As) pada tanah kebun percobaan 1 terdapat sebesar 1,6860 ppm (0,0001686%) tanah kebun masyarakat sebagai pembanding sebesar 0,6607 ppm (0,00006607%) dan tanah kontrol sebesar 0,1822 ppm (0,00001822%), sedangkan sampel tanah kebun 2 dan 3 tidak terdeteksi adanya logam arsen.
5. Berdasarkan parameter Balai Penelitian Tanah Tahun 2002 tanah kebun percobaan 1, 2 dan 3 Fakultas Pertanian Universitas Syiah Kuala serta tanah kebun masyarakat sebagai pembanding masih dalam batas aman digunakan untuk menanam tanaman

DAFTAR PUSTAKA

- Erfandi & Juarsah. (2009). *Teknologi Pengendalian Pencemaran Logam Berat pada Lahan Pertanian*. Peneliti Balitbangtan: Balai Penelitian Tanah.
- Eviati & Sulaeman. (2009). *Analisis Kimia Tanah, Tanaman, Air, dan Pupuk*. Bogor: Balai Penelitian Tanah.
- Istarani, F & Pandebesie, E.S. (2014). Studi Dampak Arsen (As) dan Kadmium (Cd) terhadap Penurunan Kualitas Lingkungan. *Jurnal Teknik Pomits*. 3(1): 53-58.
- Kasan, R., Rompas, R.M., & Rumampuk, N. (2015). Telaah Kandungan Arsen pada Sedimen di Estuari Sungai Marisa, Kabupaten Pohuwato, Gorontalo. *Jurnal Pesisir dan Laut Tropis*. 2(1): 62-68.
- Kurniasih, M & Kartika, D. (2011). Sintesis dan Karakterisasi Fisika-Kimia Kitosan. *Jurnal Inovasi*. 5(1): 42-48.
- Modaihsh, A.S., Swailem, M.S.A., & Mahjoub, M.O. (2004). Heavy Metals Content of Commercial Inorganic Fertilizers Used In The Kingdom of Saudi Arabia. *Journal Agricultural and Marine Sciences*. 9(1): 21-25.
- Notohadiprawiro. (2006). *Logam Berat dalam Pertanian*. Ilmu Tanah: Universitas Gajah Mada.
- Sarjono, A. (2009). Analisis Kandungan Logam Berat Cd, Pb, dan Hg pada Air dan Sedimen di Perairan

- Kamal Muara, Jakarta Utara. *Skripsi*. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan: Institut Pertanian Bogor.
- Sudarmo, S. (1991). *Pestisida*. Yogyakarta: Kanisus.
- Suriansyah, A., Gusrizal, G., & Adhitiyawarman, A. (2012). Kalibrasi dan Adisi Standar pada Pengukuran Merkuri dalam Air dengan Kandungan Senyawa Organik Tinngi Menggunakan Spektrometer Serapan Atom. *Jurnal Kimia Analisa Kuantitatif*. 1(1): 40-44.
- Sutedjo, M.M. & Kartasapoetra, A.G. (1991). Pengantar Ilmu Tanah. Jakarta: Rineka Cipta