

ANALISIS KADAR CEMARAN TIMBAL (Pb) DAN KADMIUM (Cd) PADA SAMPEL IKAN AIR TAWAR DENGAN MENGGUNAKAN METODE SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)

ANALYSIS OF LEAD (Pb) AND CADMIUM (Cd) ON FRESHWATER FISH USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY (AAS)

Liska Ramdanawati^{1*}, Emma Emawati², Baiq Erma Asmayati³

^{1,2,3}Sekolah Tinggi Farmasi Bandung, Jalan Soekarno Hatta No. 754 Bandung

*Corresponding Author Email: liska.ramdanawati@stfb.ac.id

ABSTRAK

Ikan adalah produk perikanan yang sering dikonsumsi oleh masyarakat yang dapat dimungkinkan mengandung logam berat. Jenis pencemaran ikan oleh logam timbal dan kadmium dapat disebabkan oleh lingkungan tempat hidup ikan. Lingkungan tempat hidup ikan adalah salah satu penyebab rentannya terjadi pencemaran dan keberadaan logam dalam lingkungan perairan yang dapat menimbulkan dampak negatif bagi lingkungan perairan dan bagi manusia yang mengonsumsinya. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan kadar cemaran logam timbal dan kadmium pada ikan nila, ikan mas, dan ikan lele yang diambil di daerah Subang. Sampel ikan kemudian didestruksi dengan metode destruksi basah dengan HNO₃ dan H₂O₂. Serapan logam dalam sampel diukur dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 283,3 nm untuk Timbal dan 228,8 nm untuk Kadmium. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel ikan lele mengandung timbal sebesar 2,7544 bpj, ikan nila sebesar 2,7142.

Kata kunci: kontaminasi, ikan, kadmium, spektrofotometri serapan atom (SSA), timbal..

ABSTRACT

Fish is a fishery product often consumed by people which may be possible to contain heavy metals. Types of fish pollution by lead and cadmium metal may be caused by the living environment of the fish. The environment where fish live is one of the causes of the vulnerability of pollution and the presence of metals in aquatic environments that could have a negative impact on the aquatic environment and for people who consume them. The purpose of this research is to determine content of metal contamination of Lead and Cadmium in tilapia fish, carp and catfish taken in Subang area. The fish samples were destructed by wet destruction method with HNO₃ and H₂O₂. The absorption of metal in the sample was measured by an atomic absorption spectrophotometer (SSA) at a wavelength of 283.3 nm for Lead and 228.8 nm for Cadmium. The results showed that the catfish samples contained lead of 2.7544 bpj, tilapia at 2.7142 bpj, and carp at 4.3583 bpj. Level of Cadmium contamination on catfish was 0.4497 bpj, tilapia at 0.4618 bpj, and carp at 0.4467 bpj. The three fishes used as samples exceeded the maximum limit of lead pollutant determined by SNI 01-3751-2006 that is equal to 0.3 bpj for Lead and 0.1 bpj for Cadmium.

Keyword : contamination, fish, cadmium, atomic absorption spectrophotometry (AAS), lead.

PENDAHULUAN

Pencemaran perairan di sekitar Jawa Barat khususnya di daerah Subang dapat

terjadi disebabkan oleh banyak hal, diantaranya adalah limbah rumah tangga, pembuangan limbah pasar, pertokoan dan proses erosi. Air tawar mengandung material

anorganik dan organik yang lebih banyak daripada air laut. Material tersebut mempunyai kemampuan untuk mengabsorpsi logam, sehingga pencemaran logam pada air tawar lebih mudah terjadi. Beberapa logam berat banyak digunakan dalam berbagai kehidupan sehari-hari. Secara langsung maupun tidak langsung toksisitas dari polutan itulah yang kemudian menjadi pemicu terjadinya pencemaran pada lingkungan sekitarnya. Apabila kadar logam berat sudah melebihi ambang batas yang ditentukan dapat membahayakan bagi kehidupan (Koestoer, 1995).

Logam berat dalam konsentrasi yang tinggi dapat mengakibatkan kematian beberapa jenis biota perairan. Disamping itu, dalam konsentrasi yang rendah logam berat dapat membunuh organisme hidup dan proses ini diawali dengan penumpukan logam berat dalam tubuh biota. Lama kelamaan, penumpukan yang terjadi pada organ target dari logam berat akan melebihi daya toleransi dari biotanya dan hal ini menjadi penyebab dari kematian biota terkait (Palar, 1994).

Hutagalung (1997), menyatakan bahwa peningkatan kadar logam berat dalam air akan mengakibatkan logam berat yang semula dibutuhkan untuk berbagai proses metabolisme akan berubah menjadi racun bagi organisme. Selain bersifat racun logam berat juga akan terakumulasi dalam sedimen dan biota melalui proses gravitasi, biokonsentrasi, bioakumulasi dan biomagnifikasi oleh biota air. Salah satu hal yang perlu dilakukan dalam pengendalian dan pemantauan dampak lingkungan adalah melakukan analisis unsur-unsur logam berat seperti Pb dan Cd dalam biota air tawar. Kemampuan biota air mengakumulasi logam esensial dan non esensial secara biologis sudah terbentuk dengan baik. Jenkins (1980), melaporkan bahwa terdapat biokonsentrasi dan bioakumulasi beberapa logam di dalam tumbuhan dan hewan.

Salah satu bioindikator pencemaran di lingkungan perairan adalah analisis kandungan logam berat yang terakumulasi di dalam biota air di perairan tersebut. Ikan adalah biota air yang dapat digunakan sebagai bioindikator tingkat pencemaran air sungai. Jika di dalam ikan terkandung kadar logam yang tinggi dan melebihi batas normal yang telah ditentukan dapat dijadikan indikator terjadinya suatu pencemaran dalam lingkungan. Banyaknya logam berat yang terserap dan terdistribusi pada ikan bergantung pada bentuk senyawa dan konsentrasi polutan (Darmono, 1995). Salah satu hal yang perlu dilakukan dalam pengendalian dan pemantauan dampak lingkungan adalah melakukan analisis unsur-unsur logam berat seperti Pb dan Cd dalam biota air tawar. Batasan maksimum cemaran logam berat pada ikan dan hasil olahannya sebesar 0,3 bpj untuk logam Timbal (Pb), sedangkan pada Kadmium (Cd) sebesar 0,1 bpj.

METODE PENELITIAN

Alat

Alat gelas yang lazim digunakan di laboratorium kimia, neraca analitik, mikropipet, membran filter, *hot plate*, alat spektrofotometer serapan atom (SSA).

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah ikan air tawar di daerah Subang (ikan mas, ikan nila, ikan lele), $Pb(NO_3)_2$, $Cd(NO_3)_2$, HNO_3 p.a, H_2O_2 30%, dan akuades.

Preparasi sampel

Preparasi sampel dilakukan dengan metode destruksi, destruksi yang digunakan adalah destruksi cara basah, menggunakan alat *hot plate*. Jumlah sampel yang didestruksi sebanyak ± 3 gram. Sampel ditimbang ± 3 gram kemudian dimasukkan ke dalam *beaker glass*, lalu ditambahkan perlahan lahan 8 mL HNO_3 pekat (65%) dan 2 mL H_2O_2 dan diaduk homogen. Pemanasan dilakukan menggunakan *hot plate* di dalam lemari asam dengan suhu pemanasan $180^\circ C$ selama 60 menit. Setelah proses destruksi selesai, didinginkan sampai suhu kamar lalu larutan hasil destruksi disaring dengan membran filter kedalam labu ukur 10,0 mL, dan ditambahkan aqudest sampai tanda batas. Destruksi sampel dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan untuk masing-masing sampel.

Pembuatan kurva kalibrasi Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd)

Dibuat larutan baku masing-masing sebanyak 6 konsentrasi yaitu (0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3; 1,5 bpj) untuk Timbal dan (0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 bpj) untuk Kadmium. Masing-masing konsentrasi diukur serapannya dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) pada panjang gelombang 283,3 nm untuk Timbal dan 228,8 nm untuk Kadmium.

Uji akurasi dan presisi dilakukan dengan metode adisi (penambahan baku) dengan menambahkan sejumlah larutan standar dengan konsentrasi tertentu pada sampel yang dianalisis. Sampel ikan yang telah kering ditimbang sebanyak ± 3 gram kemudian dimasukkan kedalam *beaker glass*. Kemudian ditambahkan 8 mL HNO₃ pekat (65%) dan 2 mL H₂O₂ dan ditambahkan masing – masing larutan standar Pb dan Cd dengan 3 konsentrasi sebesar 0,5 bpj; 0,9 bpj ; 1,3 bpj untuk Timbal dan sebesar 0,1 bpj; 0,3 bpj ; 0,5bpj untuk Kadmium. Kemudian didestruksi menggunakan *hot plate* di dalam lemari asam selama 60 menit pada suhu 180°C. Selanjutnya sampel hasil destruksi disaring dengan membran filter dan dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

Penentuan kadar Timbal dan Kadmium dalam sampel

Larutan sampel hasil destruksi diukur absorbansinya dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom pada panjang gelombang 283,3 nm untuk Timbal dan 228,8 nm untuk Kadmium.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Optimasi Spektrofotometri serapan atom (SSA)

Optimasi alat bertujuan untuk mencari kondisi optimum suatu alat untuk menghasilkan respon terbaik. Kondisi optimum analisis suatu unsur diperoleh dengan mengukur serapan maksimum unsur tersebut pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir asetilen dan tinggi burner.

Tabel 1. Parameter Selektivitas pada analisis Unsur Pb dan Cd

Parameter	Timbal (Pb)	Kadmium (Cd)
Panjang gelombang (nm)	283,3	228,8
Gas pembakar	Asetilen	Asetilen
Kecepatan alir gas pembakar (L/menit)	2,5	2,5
Gas Pengoksidasi	Udara	Udara
Kecepatan alir gas pengoksidasi (L/menit)	10	10
Tinggi burner (mm)	2,7	2,7
Lampu	EDL	EDL

Gas pembakar yang digunakan adalah asetilen dengan kecepatan alir 2,5 L/menit. Optimasi laju alir gas pembakar dan oksidan sangat berpengaruh pada suhu pengatoman. Apabila gas pembakar untuk energi pengatoman kurang maka akan dihasilkan pengatoman yang kurang sempurna. Sedangkan optimasi tinggi pembakar digunakan untuk mendapatkan populasi atom yang terbanyak sehingga pembakar tepat pada lintasan energinya.

Penentuan linieritas, batas deteksi, dan batas kuantitasi

Nilai linieritas ditentukan dengan menggunakan metode *multi point* (kurva kalibrasi) sebanyak 6 konsentrasi yaitu 0,5 bpj; 0,7 bpj; 0,9 bpj; 1,1 bpj; 1,3 bpj; 1,5 bpj untuk Timbal dan 0,1 bpj; 0,2 bpj; 0,3 bpj; 0,4 bpj; 0,5 bpj; 0,6 bpj untuk Kadmium. Parameter yang digunakan dalam uji linieritas meliputi nilai koefisien korelasi dan V_{xo} seperti yang tertera pada tabel 2.

Tabel 2. Parameter uji linieritas, BD, BK Logam Pb dan Cd

Parameter	Timbal (Pb)	Kadmium (Cd)
Persamaan garis	$Y=0,0277x - 0,0019$	$Y=0,4596x + 0,0047$
R	0,9942	0,9993
R ²	0,9885	0,9986
Sy/x	0,0012	0,0035
Sxo	0,0451	0,0077
	4,5 %	2,2%
BD	0,1355 bpj	0,0231 bpj
BK	0,4517 bpj	0,0771 bpj

Nilai koefisien korelasi berturut-turut untuk Timbal dan Kadmium sebesar 0,9942 dan 0,993 artinya terdapat korelasi yang sangat kuat antara kedua variabel (konsentrasi dan absorbansi) yang ditandai dengan nilai koefisien korelasi yang mendekati nilai 1. Oleh karena itu, kurva kalibrasi standar Timbal dan Kadmium layak dijadikan acuan dalam mengukur kadar logam pada sampel.

Nilai BD yang diperoleh dari kurva kalibrasi Timbal (Pb) sebesar 0,1355 bpj, sedangkan nilai BD yang diperoleh dari kurva kalibrasi Kadmium (Cd) sebesar 0,0077 bpj. Hal ini menunjukkan bahwa batas konsentrasi terkecil yang dapat dideteksi oleh SSA adalah sebesar 0,1355 bpj untuk Timbal dan 0,0077 untuk Kadmium.

Nilai BK yang diperoleh untuk logam Timbal adalah 0,4517 bpj dan logam Kadmium adalah 0,0071 bpj. Nilai tersebut menunjukkan batas konsentrasi rentang kerja untuk analisis agar hasil analisis masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

Uji akurasi (% perolehan kembali)

Uji perolehan kembali (*recovery*) dilakukan dengan metode penambahan baku standar (*adisi*), yakni menambahkan sejumlah larutan standar timbal dan kadmium pada tiga konsentrasi kedalam sampel uji. Hasil uji perolehan kembali untuk timbal dan kadmium dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil Uji perolehan kembali (*recovery*) logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd)

Logam	Konsentrasi Teoritis (ppm)	% <i>recovery</i>	Rata-Rata % <i>recovery</i>
Timbal	0,5	98,82	101,30
		98,82	
		106,27	
	0,9	100,16	101,52
		104,25	
		100,16	
1,3	100,38	102,25	
	103,19		
	103,19		
Kadmium	0,1	99,02	98,31
		96,89	
		99,02	
	0,3	99,94	99,94
		99,22	
		100,67	
0,5	106,01	106,15	

106,01

106,44

Hasil uji perolehan kembali yang didapat untuk logam timbal sebesar 101,30; 101,52; dan 102,25 % dan untuk logam kadmium sebesar 98,31; 99,94; dan 106,15 % sehingga dapat disimpulkan metode yang digunakan untuk uji akurasi ini memenuhi syarat keberterimaan uji perolehan kembali yaitu 80 – 120 % (Harmita, 2004).

Uji keseksamaan (presisi)

Presisi atau keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Uji dilakukan pada tiga konsentrasi yaitu rendah, sedang, dan tinggi. Hasil dinyatakan memenuhi syarat apabila koefisien variasi (KV) $\leq 2\%$. Uji presisi dilakukan pada satu sampel yaitu sampel lele.

Tabel 4. Hasil uji presisi logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd)

Logam	Konsentrasi Teoritis (ppm)	%RSD
Timbal	0,5	0,441
	0,9	0,525
	1,3	1,053
Kadmium	0,1	0,659
	0,3	0,728
	0,5	0,680

Hasil uji presisi yang didapat untuk logam timbal sebesar 0,441; 0,525 dan 1,053% dan untuk logam kadmium sebesar 0,659; 0,728; dan 0,680% sehingga dapat disimpulkan metode yang digunakan untuk uji presisi memenuhi syarat keberterimaan uji presisi yaitu KV (%RSD) $< 2\%$ (Harmita, 2004).

Penetapan kadar Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd)

Larutan hasil destruksi sampel ikan diukur serapannya pada panjang gelombang 283,3 nm untuk Pb dan 228,8 nm untuk Cd dengan kondisi pengukuran hasil optimasi alat SSA, diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel 5. Data kadar Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) sampel ikan air tawar

Sampel	Kadar Timbal (bpj)	Kadar Kadmium (bpj)
Ikan lele	2,75 ± 0,042	0,45 ± 0,0029
Ikan nila	2,71 ± 0,052	0,46 ± 0,0019
Ikan mas	4,35 ± 0,067	0,45 ± 0,0013

Dari ketiga sampel ikan yang dianalisis ditemukan kadar kadmium yang melebihi batas cemaran makanan yang ditetapkan dalam SNI 01-3751-2006 dimana batas maksimum cemaran logam timbal dan kadmium pada sampel ikan yang dianalisis secara berturut turut adalah 0,3 bpj dan 0,1 bpj. Terdeteksinya logam kadmium didalam sampel dikatakan sebagai kontaminasi makanan karena kadmium dan timbal merupakan logam yang sangat berbahaya bagi tubuh. Logam timbal dan kadmium terdapat didalam sampel ikan dapat terjadi karena adanya cemaran yang disebabkan oleh ruang lingkup hidupnya ikan.

KESIMPULAN

1. Kadar logam timbal adalah 2,7544 bpj untuk ikan lele, 2,7142 bpj untuk ikan nila, dan 4,3583 bpj untuk ikan mas.
2. Kadar logam kadmium adalah 0,4497 bpj untuk ikan lele, 0,4618 bpj untuk ikan nila, dan 0,4467 bpj untuk ikan mas.

DAFTAR PUSTAKA

- Almeida, J. A., Barreto, R. E., Novelli, L. B., Castro, F. J., and Moron, S. E. 2009. Oxidative Stress Biomarkers and Aggressive Behavior in Fish Exposed to Aquatic Cadmium Contamination. *Neotropical Ichthyology*, **7**, 103-108.
- Akbar S. dan Sudaryanto. 2001. *Pembenihan dan Pembesaran Ikan Kerapu Bebek*. Jakarta: Penebar Swadaya, 103.
- Badan POM RI. 2009. *Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan*. Jakarta:
- Connell, D. W. dan Gregory J. M. 2006. *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*, Jakarta: UI-Press.
- Darmono. 1995. *Logam dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. Jakarta: Universitas Indonesia Press. 96 -99.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. **1**. 119, 122.
- Heryando, P. 1994. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka. Cipta.
- Kealey, D. dan Haines, P.J. 2002. *Analytical Chemistry*. London: BIOS Scientific Publishers Ltd.
- Mukhtasor. 2006. *Pencemaran Pesisir dan Laut*. Jakarta: Pradnya Paramita.
- Munson, J.W. 1991. *Analisis Farmasi*. diterjemahkan oleh Harjana. Univeresitas Air Langga. Surabaya. Hal 231-235
- Palar. 2004. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Cetakan Kedua. Jakarta: Rineke Cipta. 76-78.
- Palar, H. 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Raimon. 1993. *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering secara Spektrofotometer Serapan Atom*. Yogyakarta.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Rineka Cipta.
- Sarjono, A. 2009. *Analisis Kandungan Logam Berat Cd, Pb, dan Hg Pada Air dan Sedimen di Perairan Kamal Muara, Jakarta Utara*. *Skripsi*. Institut Pertanian Bogor. Bogor
- Tancung, A. B., M. Ghufuran H Kordi K. 2007. *Pengelolaan Kualitas Air Dalam Budidaya Perairan*. Jakarta: Rineka Cipta. 2,3.