

ANALISIS CEMARAN LOGAM BERAT Pb, Cu, DAN Cd PADA IKAN AIR TAWAR DENGAN METODE SPEKTROMETRI NYALA SERAPAN ATOM (SSA).

SUPRIYANTO C, SAMIN, ZAINUL KAMAL
Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan
Jl. Babarsari Kotak Pos 1008
D.I. Yogyakarta 55010 Telp (0274) 488435

Abstrak

ANALISIS CEMARAN LOGAM BERAT Pb, Cu, DAN Cd PADA IKAN AIR TAWAR DENGAN METODE SPEKTROMETRI SERAPAN ATOM. Telah dilakukan analisis logam berat Pb, Cu dan Cd dalam cuplikan ikan air tawar dengan metode spektrometri nyala serapan atom (SSA). Preparasi awal cuplikan dilakukan dengan ikan dicuci, diambil daging, dikeringkan, ditumbuk dan disaring hingga lolos 100 mesh, dilarutkan dengan teknik teflon bom digesti sampai diperoleh larutan cuplikan yang siap untuk dianalisis. Parameter analisis dengan SSA meliputi kondisi optimum analisis, kurva kalibrasi unsur, rentang konsentrasi terpakai, kelayakan alat uji dan validasi metode uji. Diperoleh kadar Pb dan Cu dalam tiga jenis ikan (ikan mas, nila, dan lele) dari kolam air tawar yang berbeda (selokan Mataram, sungai Winongo, sungai Cebongan, sungai Bedog) tidak ada perbedaan yang signifikan. Sedangkan kadar Cd dalam cuplikan tiga jenis ikan berada di bawah batas deteksi. Alat uji SSA masih layak sebagai alat uji dengan perolehan akurasi 0,65 % dan presisi 0,019 ppm berada di bawah batas yang dipersyaratkan 1 % dan 0,04 ppm.

Kata kunci : logam berat, metode nyala AAS, ikan air tawar.

Abstract

ANALYSIS OF HEAVY METALS SUCH AS Pb, Cu, AND Cd IN FISHPOND WITH ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY METHODS. The analysis of heavy metals such as Pb, Cu and Cd in fishpond has been carried out by atomic absorption spectrometry method. The first preparation of fishpond sample by washing and take out of meat, drying, pounded, screen, until 100 mesh, solution by Teflon bomb digestion method was obtained solution of sample to analysis. The parameter of analysis were optimum condition of analysis, calibration curve, usefull concentration range, validation of instrument and validation of method. The contain of Pb and Cu in three kind of fishpond were mas, nila and lele at difference location (selokan Mataram, sungai Winongo, sungai Cebongan, sungai Bedog) were obtained not difference, while the contain of Cd in fishpond under limit of detection. The AAS instrument was still valid to use as instrument analysis were obtained of accuration 0,65 % and precise 0,019 ppm still lowere than threshold value were 1 % and 0,04 ppm

Keywords : heavy metal, flame AAS method, fishpond.

PENDAHULUAN

Berkembangnya IPTEK memacu terjadinya pencemaran lingkungan baik pencemaran air, tanah dan udara. Pencemaran air yang diakibatkan oleh dampak perkembangan industri harus dapat dikendalikan, karena bila tidak dilakukan sejak

dini akan menimbulkan permasalahan yang serius bagi kelangsungan hidup manusia maupun alam sekitarnya. Salah satu hal yang perlu dilakukan dalam pengendalian dan pemantauan dampak lingkungan adalah melakukan analisis unsur-unsur dalam ikan air tawar, terutama Pb, Cu, dan Cd. Pencemaran logam-logam tersebut dapat mempengaruhi dan

menyebabkan penyakit pada konsumen, karena di dalam tubuh unsur yang berlebihan akan mengalami detoksifikasi sehingga membahayakan manusia^[1].

Logam berat umumnya bersifat racun terhadap makhluk hidup^[2], walaupun beberapa diantaranya diperlukan dalam jumlah kecil. Melalui berbagai perantara, seperti udara, makanan, maupun air yang terkontaminasi oleh logam berat, logam tersebut dapat terdistribusi ke bagian tubuh manusia dan sebagian akan terakumulasi. Jika keadaan ini berlangsung terus menerus, dalam jangka waktu lama dapat mencapai jumlah yang membahayakan kesehatan manusia.

Air sering tercemar oleh komponen-komponen anorganik antara lain berbagai logam berat yang berbahaya. Beberapa logam berat tersebut banyak digunakan dalam berbagai keperluan sehari-hari dan secara langsung maupun tidak langsung dapat mencemari lingkungan dan apabila sudah melebihi batas yang ditentukan berbahaya bagi kehidupan. Logam-logam berat yang berbahaya yang sering mencemari lingkungan antara lain merkuri (Hg), timbal (Pb), arsenik (As), kadmium (Cd), khromium (Cr), dan nikel (Ni). Logam-logam berat tersebut diketahui dapat terakumulasi di dalam tubuh suatu mikroorganisme, dan tetap tinggal dalam jangka waktu lama sebagai racun. Peristiwa yang menonjol dan dipublikasikan secara luas akibat pencemaran logam berat adalah pencemaran merkuri (Hg) yang menyebabkan *Minamata disease* di teluk Minamata, Jepang dan pencemaran kadmium (Cd) yang menyebabkan *Itai-itai disease* di sepanjang sungai Jinzo di Pulau Honsyu, Jepang^[3].

Timbal (Pb) mempunyai arti penting dalam dunia kesehatan bukan karena penggunaan terapinya, melainkan lebih disebabkan karena sifat toksisitasnya. Absorpsi timbal di dalam tubuh sangat lambat, sehingga terjadi akumulasi dan menjadi dasar keracunan yang progresif. Keracunan timbal ini menyebabkan kadar timbal yang tinggi dalam aorta, hati, ginjal, pankreas, paru-paru, tulang, limpa, testis, jantung dan otak. Hal ini diperoleh dari kasus yang terjadi di Amerika pada 9 kota besar yang pernah diteliti^[4].

Dalam keadaan normal, jumlah tembaga (Cu) yang diperlukan untuk proses enzimatik biasanya sangat sedikit. Dalam keadaan

lingkungan yang tercemar menghambat sistem enzim (enzim inhibitor), kadar Cu ditemukan pada jaringan beberapa spesies hewan air yang mempunyai regulasi sangat buruk terhadap logam. Pada binatang lunak (moluska) sel leukosit sangat berperan dalam sistem translokasi dan detoksikasi logam. Hal ini terutama ditemukan pada kerang kecil (oyster) yang hidup dalam air yang terkontaminasi tembaga (Cu) yang terikat oleh sel leukosit, sehingga menyebabkan kerang tersebut berwarna kehijau-hijauan^[1,4].

Ikan sebagai salah satu biota air dapat dijadikan sebagai salah satu indikator tingkat pencemaran yang terjadi di dalam perairan. Jika di dalam tubuh ikan telah terkandung kadar logam berat yang tinggi dan melebihi batas normal yang telah ditentukan dapat sebagai indikator terjadinya suatu pencemaran dalam lingkungan. Menurut Adnan^[5], kandungan logam berat dalam ikan erat kaitannya dengan pembuangan limbah industri di sekitar tempat hidup ikan tersebut, seperti sungai, danau, dan laut. Banyaknya logam berat yang terserap dan terdistribusi pada ikan bergantung pada bentuk senyawa dan konsentrasi polutan, aktivitas mikroorganisme, tekstur sedimen, serta jenis dan unsur ikan yang hidup di lingkungan tersebut.

Berdasarkan uraian di atas, maka perlu dilakukan penelitian untuk analisis kadar logam berat Pb, Cu, dan Cd pada beberapa jenis ikan air tawar menggunakan metode spektrometri serapan atom. Pemilihan metode spektrometri serapan atom karena mempunyai sensitifitas tinggi, mudah, murah, sederhana, cepat, dan cuplikan yang dibutuhkan sedikit. Cuplikan ikan air tawar diperoleh di beberapa tempat di Kabupaten Sleman, Daerah Istimewa Yogyakarta. Jenis ikan yang dianalisis adalah ikan mas, lele, dan nila.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan meliputi cuplikan ikan lele, ikan mas, dan ikan nila berasal dari kolam air tawar di Kabupaten Sleman, Daerah Istimewa Yogyakarta. Bahan larutan standar Pb, Cu, dan Cd konsentrasi 1000 ppm buatan BDH, bahan pelarut asam nitrat

pekat buatan Merck, bahan bakar asetilen buatan Aneka Gas Industri Yogyakarta.

Alat

Pada penelitian ini digunakan satu perangkat alat atomic absorption spectrometry (AAS) tipe AA 300 P buatan Varian Techtron, Australia, gelas beker 50 ml, labu ukur 10 ml, vial polietilen ukuran 5 ml, mikro pipet effendorf 10 -100 μ L, dan neraca analitik.

Cara Kerja

Pencucian wadah dan peralatan preparasi

Peralatan dan wadah yang akan digunakan untuk analisis, dicuci dengan sabun kemudian dibilas dan dibersihkan dengan akuades. Peralatan dan wadah yang sudah bersih direndam dalam asam nitrat 1 : 3 selama 24 jam, kemudian dibilas dengan akuatrides 3 - 4 kali sampai diperoleh pH air bilasan normal (pH 7). Hasil pencucian dikeringkan dalam oven dan dipanaskan pada suhu 50 - 60 $^{\circ}$ C. Setelah kering, alat ini dimasukkan dalam kantong plastik dan disimpan dalam ruang bebas debu.

Uji kepekaan dan presisi alat uji

Uji kepekaan dan presisi alat uji (AAS) dilakukan dengan membuat 1 buah larutan campuran yang terdiri atas larutan standar Cu 1000 ppm, HNO_3 1 N, dan akuatrides sedemikian rupa sehingga konsentrasi Cu dalam larutan 2 ppm, dan konsentrasi HNO_3 dalam larutan 0,1 N. Kepekaan alat uji ditentukan dengan mengukur serapan larutan tersebut dengan 3 kali pengukuran, sedangkan presisi alat uji ditentukan dengan menghitung simpangan baku dari pengukuran 6 kali serapan larutan itu.

Kondisi optimum analisis

Kondisi optimum analisis masing-masing unsur diperoleh dengan mengukur serapan maksimum masing-masing unsur pada setiap perubahan parameter panjang gelombang, arus lampu, lebar celah, laju alir cuplikan, laju alir asetilen, dan tinggi pembakar. Larutan yang digunakan adalah 25 mL larutan Pb 5 ppm, 25 mL larutan Cd konsentrasi 5 ppm, dan 25 mL larutan Cu 5 ppm,

Kurva kalibrasi Pb, Cu, dan Cd

Kurva kalibrasi unsur Pb, Cu, dan Cd diperoleh dengan mengukur serapan larutan standar masing-masing unsur pada kondisi optimum unsur. Kisaran larutan standar masing-masing unsur adalah Pb 0,5 – 2,5 ppm, Cd 0,05 – 0,25 ppm, Cu 0,1 – 0,50 ppm. Kurva kalibrasi diperoleh dengan membuat kurva antara konsentrasi terhadap serapan masing-masing unsur.

Preparasi cuplikan ikan

Cuplikan ikan dicuci, diambil dagingnya, dikeringkan dan ditumbuk dengan menggunakan lumpang dan alu, diayak sampai lolos 100 mesh dan dihomoginkan, cuplikan ikan yang telah homogen ditimbang 0,5 g dalam teflon bom digester, dibasahi sedikit akuatrides, kemudian ditambahkan 1 ml asam nitrat pekat. Setelah itu, teflon bom digester ditutup rapat kemudian dimasukkan dalam tungku pemanas dan dipanaskan pada suhu 150 $^{\circ}$ C selama 4 jam. Hasil pelarutan setelah dingin dituang ke dalam gelas beker dipanaskan di atas pemanas listrik dengan penambahan akuatrides secara berulang-ulang. Hasil pelarutan setelah dingin dimasukkan labu takar 10 ml dan ditepatkan sampai batas tanda dengan penambahan akuatrides, cuplikan siap untuk dilakukan analisis unsur.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Beberapa parameter yang perlu mendapatkan perhatian pada analisis logam-logam berat Pb, Cu, dan Cd, dalam cuplikan ikan antara lain adalah kondisi optimum analisis unsur, linieritas kurva kalibrasi masing-masing unsur dan kelayakan alat uji yang digunakan berupa kepekaan dan presisi alat uji. Kelayakan alat uji yang memenuhi persyaratan dengan perolehan kepekaan < 0,040 ppm dan presisi alat uji < 1 %^[6].

Pada Tabel 1 disajikan data kondisi optimum masing-masing unsur, Tabel 2 menunjukkan linieritas kurva kalibrasi masing-masing unsur dan batas deteksi unsur, sedangkan pada Tabel 3 disajikan data kepekaan dan presisi alat uji AAS dengan metode nyala.

Tabel 1. Kondisi Optimum Analisis Unsur Cd, Cr, dan Pb

Parameter	Unsur		
	Pb	Cu	Cd
Panjang gelombang, nm	217,0	324,8	228,6
Lebar celah, nm	1,0	0,5	0,5
Arus lampu, mA	5	5	4
Laju alir cuplikan, ml/mnt.	4,5	4,5	4,5
Laju alir udara l/menit	13,5	13,5	13,5
Laju alir asetilen l/menit	1,70	2,50	1,56
Tinggi pembakar, mm	14	13	14,5

Tabel 2. Linieritas Konsentrasi Standar dan Batas Deteksi Pb, Cu, dan Cd

Unsur	Linieritas konsentrasi (ppm)	Batas deteksi (ppm)
Pb	0,5 – 2,5	0,18
Cd	0,05 – 0,25	0,02
Cu	0,1 – 0,5	0,05

Pada Tabel 1 dan 2 masing-masing disajikan data kondisi optimum analisis, linieritas konsentrasi dan batas deteksi unsur Pb, Cu, dan Cd. Kondisi optimum analisis diperoleh dengan mengukur serapan yang optimum pada panjang gelombang maksimum dari masing-masing unsur pada setiap perubahan parameter lebar celah, arus lampu, laju alir cuplikan dan asetilen, dan tinggi pembakar. Linieritas konsentrasi menunjukkan daerah kerja yang optimum masing-masing unsur, dan batas deteksi diperoleh berdasarkan perhitungan statistik dari kurva kalibrasi masing-masing unsur.

Pada Tabel 3 disajikan data kepekaan dan presisi yang menunjukkan validasi alat uji (AAS). Harga kepekaan alat uji diperoleh dengan mengukur serapan larutan standar Cu konsentrasi 2 ppm dengan 3 kali pengukuran. Berdasarkan data serapan yang diperoleh dihitung kepekaan alat uji (S) dengan formula $S = 0,0044 (C_1 / A_1)$, C_1 dan A_1 masing-masing adalah konsentrasi dan serapan standar Cu yang dipilih. Nilai presisi alat uji (s) diperoleh dengan mengukur serapan larutan standar Cu konsentrasi 2 ppm dengan 6 kali pengukuran. Berdasar data serapan yang diperoleh, dihitung presisi alat uji (s) dengan formula $s = (A-B) \times 0,40$, dengan A = nilai serapan tertinggi dan B = nilai serapan terendah dari 6 nilai serapan yang diperoleh. Berdasarkan perhitungan diperoleh data kepekaan dan presisi alat uji SSA masing-masing 0,019 ppm dan 0,65 %. Berdasarkan data tersebut, alat uji SSA masih layak

digunakan dengan kepekaan dan presisi yang masih berada di bawah batas persyaratan.

Tabel 3. Data Kepekaan dan Presisi Alat Uji AAS

No	Parameter	Cu 2 ppm
1.	Kepekaan, ppm	0,019
	Syarat acuan, ppm.	0,040
2.	Presisi, %	0,65
	Syarat acuan, %	1,0

Parameter yang lain yang harus diperhatikan adalah validasi metode uji yang digunakan. Validasi metode uji dilakukan menggunakan *Standard Reference Materials (SRM) Soil 7* buatan IAEA. Kadar hasil analisis unsur terhadap SRM kemudian dibandingkan dengan kadar masing-masing unsur yang ada dalam sertifikat, seperti disajikan pada Tabel 4 sebagai berikut :

Tabel 4. Data Hasil Analisis Unsur dan Data Sertifikat *SRM Soil 7*.

No	Unsur	Kadar sertifikat ($\mu\text{g/g}$)	Kadar hasil analisis \pm SD ($\mu\text{g/g}$)
1.	Cd	1,3 (1,1 – 2,7)	1,98 \pm 0,01
2.	Cu	11 (9 – 13)	9,96 \pm 0,19
3.	Pb	60 (55 -71)	58,75 \pm 1,20

Berdasarkan Tabel 4, analisis unsur, Pb, Cd, dan Cu dalam SRM *Soil 7* menunjukkan kadar masing-masing unsur berada dalam rentang kadar dalam sertifikat SRM, hal tersebut menunjukkan validitas dari metoda uji yang digunakan.

Kadar logam berat Pb, Cu, dan Cd dalam cuplikan ikan ditentukan dengan metode kurva kalibrasi standar yaitu dengan cara mengukur serapan cuplikan, kemudian diinterpolasikan ke dalam kurva standar masing-masing unsur sehingga akan diperoleh konsentrasi regresi masing-masing unsur. Kadar unsur dihitung menggunakan rumus sbb. :

$$\text{kadar} = \frac{C_{\text{reg}} \times P \times V}{G} \text{ ppm}$$

dengan :

C_{reg} = konsentrasi regresi
 P = faktor pengenceran
 V = Volume pelarutan
 G = berat cuplikan.

Pada Tabel 5, 6, 7, dan 8 disajikan kadar logam berat Pb, Cu dan Cd dalam cuplikan ikan yang berasal dari kolam air tawar dengan sumber air dari selokan Mataram, sungai Winongo, sungai Cebongan, dan sungai Bedog, di Kabupaten Sleman DIY.

Tabel 5. Kadar Pb, Cu, dan Cd Dalam Ikan Di Selokan Mataram

Unsur	Jenis ikan, kadar \pm SD (ppm)		
	Mas	Nila	Lele
Pb	0,0145 \pm 0,001	0,0115 \pm 0,001	0,0165 \pm 0,0013
Cu	0,0152 \pm 0,0018	0,509 \pm 0,0013	0,0279 \pm 0,0043
Cd	< 0,02	< 0,02	< 0,02

Tabel 6. Kadar Pb, Cu, dan Cd Dalam Ikan Di Sungai Winongo

Unsur	Jenis ikan, kadar \pm SD (ppm)		
	Mas	Nila	Lele
Pb	0,0132 \pm 0,001	0,0112 \pm 0,002	0,0101 \pm 0,001
Cu	0,0103 \pm 0,001	0,0102 \pm 0,001	0,0094 \pm 0,0012
Cd	< 0,02	< 0,02	< 0,02

Tabel 7. Kadar Pb, Cu, dan Cd Dalam Ikan Di Sungai Cebongan

Unsur	Jenis ikan, kadar \pm SD (ppm)		
	Mas	Nila	Lele
Pb	0,0120 \pm 0,002	0,0110 \pm 0,002	0,0522 \pm 0,001
Cu	0,0059 \pm 0,0001	0,0081 \pm 0,0002	0,0100 \pm 0,0012
Cd	< 0,02	< 0,02	< 0,02

Tabel 8. Kadar Pb, Cu, dan Cd Dalam Ikan Di Sungai Bedog

Unsur	Jenis ikan, kadar \pm SD (ppm)		
	Mas	Nila	Lele
Pb	0,0145 \pm 0,0004	0,0179 \pm 0,0001	0,0201 \pm 0,001
Cu	0,0085 \pm 0,0001	0,0105 \pm 0,0002	0,0106 \pm 0,0012
Cd	< 0,02	< 0,02	< 0,02

Berdasarkan data pada Tabel 5, 6, 7, dan 8 setelah dilakukan uji anava menunjukkan hasil tidak ada perbedaan yang signifikan untuk kadar Pb dan Cu diantara ketiga jenis ikan, sedangkan kadar Cd berada di bawah batas deteksi unsur. Data-data yang diperoleh pada Tabel 5 – 8 menunjukkan bahwa kadar Pb, Cu, dan Cd dalam tiga jenis ikan di berbagai lokasi kolam air tawar belum melebihi batas yang ditetapkan (2 ppm untuk Pb, 20 ppm untuk Cu, dan 0,2 ppm untuk Cd) sesuai Keputusan Dirjen

POM No. 03725/B/SK/VII/89^[7] sehingga aman untuk dikonsumsi.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan

1. Ikan mas, ikan nila, dan ikan lele di kolam air tawar mengandung unsur Pb, Cd, dan Cu dan kadarnya belum melebihi batas yang ditetapkan oleh Dirjen POM.

2. Tiap ikan menunjukkan kadar yang berbeda beda untuk setiap logam dikarenakan perbedaan kemampuan dalam menyerap logam tersebut kedalam tubuhnya, namun perbedaannya tidak signifikan.
3. Alat uji dan metode uji AAS masih layak digunakan sebagai alat uji.

DAFTAR PUSTAKA

1. PALAR H., 1994, *Pencernaan dan Toksikologi Logam Berat*, PT Rineka Cipta Jakarta.
2. SOFYAN YATIM, dkk., 1979, "Distribusi Logam Berat Dalam Air Laut Teluk Jakarta", Majalah BATAN XII 3.
3. DARMONO, 1995, *Logam Dalam Sistim Biologi Mahluk Hidup*, Universitas Indonesia Pers, Jakarta.
4. SULISTIA GUN, 1980, *Farmakologi dan Terapi*, Ed.2, Bagian Farmakologi Fak. Kedokteran Universitas Indonesia, Jakarta.
5. ANAND, S.J.S., 1978, "Determination Of Mercury, Arsenic, And Cadmium In Fish By Neutron Activation", Journal of Radioanalytical Chemistry, 44 -101.
6. ANONIM, 1979, "American Society for Testing and Materials", ASTM E 663-78.
7. ANONIM, 1989, "Keputusan Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan No. 03725 /B/ SK/ VII/89".

ikan mas, dan ikan nila), yang merupakan konsumsi masyarakat.

2. Analisis yang dilakukan adalah analisis logam berat Pb, Cu, dan Cd yang ada di dalam ikan air tawar (ikan lele, ikan mas, dan ikan nila) yang sering dikonsumsi oleh masyarakat.
3. Validasi dilakukan pada alat uji yaitu AAS dengan perolehan data akurasi dan presisi dan validasi metode uji yang menggunakan Standard Reference Material (SRM).

TANYA JAWAB

Pertanyaan

1. Apakah penelitian ini didasarkan atas adanya kecurigaan pencemaran pada sungai yang menjadi sumber aliran air pengisi kolam ikan yang diambil sebagai sumber penelitian? (Djaruddin Hasibuan)
2. Apakah sudah dianalisis sifat serap tubuh ikan air tawar terhadap logam berat? (Anthony Simanjuntak)
3. Validasi yang dilakukan terhadap apa, peralatan atau ikan yang dianalisis? (Anthony Simanjuntak)

Jawaban

1. Penelitian ini didasarkan pada ada atau tidak adanya kandungan logam berat Pb, Cd, dan Cu pada ikan air tawar (ikan lele,