

PENGEMBANGAN METODE PENENTUAN KADAR TIMBAL DALAM KERANG HIJAU (*Perna viridis L*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis

Ari Marlina

Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Bandung 40012
arimarlina.polban@gmail.com

ABSTRAK

Kerang hijau (*Perna viridis L*) merupakan salah satu jenis biota yang dimanfaatkan karena populasinya cukup besar sebagai sumber bahan makanan yang digemari masyarakat. Karena pola hidupnya yang menetap di dasar perairan serta cara memperoleh makanannya dengan cara filter feeder. Keberadaan cemaran logam berat dalam kerang yang umum dikonsumsi masyarakat dapat menimbulkan berbagai masalah kesehatan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar cemaran logam berat timbal (Pb) dalam kerang hijau (*Perna viridis L*). Spektrofotometer UV-Vis. Prinsip penentuannya adalah sampel kerang didestruksi dengan larutan HNO₃ 65% dan ditambah senyawa pengomplek dithizon serta zat penopeng KCN 10%. Larutan yang diperoleh berwarna kemerahan dan absorbansi diukur pada panjang gelombang 520 nm. Hasil dari penelitian menunjukkan bahwa kurva kalibrasi diperoleh persamaan regresi $y = 0,0669x + 0,0327$, koefisien korelasi 0,9993 dan % recovery sebesar 96,5%. Kadar logam timbal dalam kerang hijau sebesar 1,03 mg/Kg. Berdasarkan peraturan yang ditetapkan oleh Badan Standarisasi Nasional 2009, kadar timbal pada sampel masih layak dikonsumsi dan belum melewati batas aman yang ditentukan oleh BSN 2009 untuk jenis kekerangan yaitu (maksimum) 2,0 mg/Kg.

Kata Kunci

Timbal, Kerang hijau, dithizon, Spektrofotometer UV-Vis

PENDAHULUAN

Kerang hijau (*Perna viridis L*) merupakan salah satu jenis kerang-kerangan yang diminati masyarakat, karena memiliki nilai gizi yang tinggi dan murah harganya. Kerang hijau tahan terhadap cemaran karena pola hidupnya yang menetap di dasar perairan serta memperoleh makanannya dengan cara *filter feeder* yaitu dengan menyaring fitoplankton di sekitarnya yang tersuspensi di dasar perairan (Setyobudiandi, 2000), sehingga kerang hijau dapat digolongkan sebagai agen *biomonitoring* untuk mengetahui kualitas cemaran di lingkungan perairan.



Gambar 1 Kerang hijau (*Perna viridis L*)

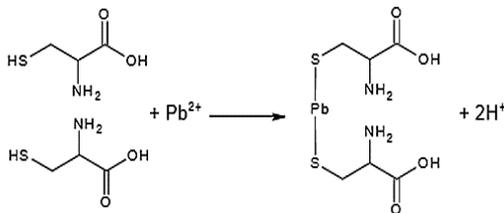
Sumber: <http://www.justtryandtaste.com/2011/11>

Salah satu cemaran yang berbahaya bagi lingkungan perairan maupun organisme adalah

logam berat. Berbagai logam berat yang masuk ke dalam perairan akan terlarut dan terendapkan di dasar perairan. Logam-logam yang terdapat dalam perairan diantaranya Hg, Pb, Cd, Cr, Ni dan Zn (Setiawan, 2014). Peningkatan kadar logam berat di dalam perairan akan diikuti dengan peningkatan kadar logam berat di dalam tubuh kerang dan biota lainnya. Sehingga pencemaran perairan oleh logam berat dapat menyebabkan kerang yang hidup di dalamnya menjadi tercemar dan jika kerang tersebut dimanfaatkan sebagai bahan makanan akan membahayakan kesehatan bagi masyarakat yang mengkonsumsinya. Timbal (Pb) mempunyai arti penting dalam dunia kesehatan, bukan karena penggunaannya, tetapi lebih disebabkan karena toksisitasnya. Absorpsi timbal di dalam tubuh sangat lambat, sehingga terjadi akumulasi dan menjadi dasar keracunan yang progresif.

Pemaparan timbal (Pb) terhadap tubuh dapat menyebabkan efek yang luas, seperti efek pada perkembangan sistem saraf, mortalitas (disebabkan oleh penyakit kardiovaskular), kerusakan pada fungsi ginjal, hipertensi, dan gangguan pada kesuburan. Pada anak-anak,

ditemukan hubungan antara tingkat kadar timbal dalam darah dengan penurunan *Intelligence Quotient* (IQ) (Ratnawati dan Sunarko 2008). Dalam tubuh kerang hijau yang mengandung banyak protein memungkinkan terjadinya denaturasi protein oleh garam-garam logam tersebut di atas (Palar, 2008). Untuk mengantisipasi pengaruh negatif yang ditimbulkan terhadap kesehatan masyarakat, maka perlu dilakukan analisis kadar logam berat. Dalam penelitian ini akan ditentukan kadar logam timbal, Pb dalam kerang hijau yang beredar di Pasar Atas Baru, Cimahi. Ion Pb^{2+} yang masuk ke dalam tubuh kerang hijau (*Perna viridis* L) akan berikatan dengan gugus sulfhidril (-SH) pada amino penyusun protein dalam kerang hijau. Ikatan Pb-SH yang kuat mengakibatkan ion Pb sulit terlepas dan akan bertahan lebih lama, hingga menyebabkan ion Pb akan terakumulasi dalam tubuh kerang hijau tersebut.



Gambar 2 Reaksi antara ion Pb dengan gugus sulfhidril (-SH) pada asam amino

Analisis logam dalam suatu sampel pada umumnya menggunakan alat spektrofotometer serapan atom (SSA) (SNI 6989-8-2009), seperti yang telah dilakukan oleh peneliti-peneliti sebelumnya. Dengan menggunakan metode SSA, dapat diperoleh hasil analisis yang akurat, karena alat tersebut mempunyai sensitifitas dan selektifitas yang tinggi. Tetapi penggunaan metode SSA terkendala dengan ketersediaan alat yang harganya cukup tinggi, sehingga diperlukan metode alternatif lainnya. Dalam penelitian ini, akan menentukan kadar logam berat timbal (Pb) menggunakan metode Spektrofotometer UV-Vis. Pada prinsipnya, Spektrofotometer UV-Vis dapat digunakan untuk menentukan senyawa yang mempunyai gugus kromofor (berwarna). Dalam hal ini logam berat timbal yang akan dianalisis memerlukan zat pengomplek supaya dapat membentuk senyawa berwarna. Senyawa pengomplek yang digunakan dalam penelitian ini adalah pengomplek *dithizon* yang bekerja pada pH 9. Sedangkan zat penopeng digunakan KCN. Zat penopeng diperlukan untuk mengikat logam lain, selain timbal, sehingga dihasilkan senyawa kompleks timbal-ditizonat yang dapat mengabsorpsi radiasi pada panjang gelombang sinar tampak (Alsamarrai, 2011).

METODOLOGI

1. Uji kualitatif, untuk mengetahui apakah dalam kerang terdapat ion timbal.
2. Preparasi sampel, daging kerang dipisahkan dari cangkangnya, dicuci, dihaluskan dan disimpan. Untuk uji kualitatif, sampel halus ditambah HNO_3 pekat, kemudian dipanaskan sampai larutan menjadi bening. Larutan bening ini kemudian didinginkan, setelah dingin disaring, dan disimpan. Larutan sampel ditambah NaOH sampai pH menjadi 9. Setelah itu ditambahkan larutan KCN sebagai zat penopeng dan zat pengomplek *dithizon* (difeniltiokarbazon). Jika terdapat warna hijau kemerahan, berarti Pb^{2+} positif dalam sampel kerang. Tahap selanjutnya adalah uji kuantitatif.
3. Penentuan panjang gelombang maksimum. Dipipet 2 mL larutan standar Pb^{2+} 100 ppm, dimasukkan kedalam labu ukur 50 mL + 5 mL NaOH 0,5M + 5 mL *dithizon* 0,005% + 5 mL KCN 10% dan ditambahkan aquades sampai tanda batas. Diamkan selama 5 menit. Dibuat juga larutan blanko. Diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 460-570 nm.
4. Penentuan kurva standar. Disiapkan 7 buah labu ukur 50 mL, masing masing ditambahkan larutan standar Pb^{2+} 100 ppm, berturut-turut 0 mL; 0,5 mL; 1 mL; 1,5 mL; 2 mL; 2,5 mL; dan 3 mL. Lalu ditambah NaOH, *dithizon*, KCN dan aquades sampai tanda batas. Setiap larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum.
5. Penentuan konsentrasi Pb^{2+} dalam kerang hijau. Dipipet 5 mL larutan sampel dan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Ditambah larutan pengomplek *dithizon*, larutan KCN, dan diatur pH larutannya dengan penambahan larutan NaOH. Absorbansi larutan sampel diukur pada panjang gelombang maksimum. Konsentrasi Pb^{2+} dalam sampel kerang hijau ditentukan dengan cara interpolasi ke dalam kurva standar atau dengan persamaan garis linier, $y = ax + b$, dengan x, konsentrasi Pb; y, absorbansi sampel; a, kemiringan dan b adalah intersep (titik potong).

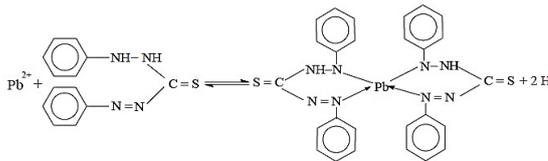
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis dan menentukan kadar cemaran logam timbal (Pb) pada kerang hijau, sehingga dapat diketahui kelayakan kerang tersebut untuk dikonsumsi oleh manusia. Sampel yang digunakan adalah kerang hijau yang dijual di pasar tradisional, Pasar Atas Baru, Cimahi. Sampel dihancurkan

dengan metode destruksi basah menggunakan HNO_3 pekat (65%) kemudian dipanaskan menggunakan *hot plate*, Tujuan destruksi adalah memutuskan ikatan antara unsur logam dengan matriks sampel agar diperoleh logam dalam bentuk bebas sehingga dapat dianalisis.

Penggunaan asam nitrat dan panas adalah kondisi oksidasi yang paling potensial karena dapat melarutkan hampir semua logam dalam semua senyawa organik. Hasil destruksi berupa larutan berwarna bening.

Tahap awal dari penelitian ini dilakukan uji kualitatif, yang bertujuan untuk mengetahui apakah dalam sampel kerang hijau memang terdapat cemaran timbal. Dalam uji kualitatif, menunjukkan bahwa sampel kerang positif mengandung Pb^{2+} . Hal ini dibuktikan setelah larutan sampel yang ditambah larutan pengomplek *dithizon* pada pH 9 dan penambahan zat penopeng KSCN. Larutan dikocok dan didiamkan selama 5 menit, dan menghasilkan larutan yang berwarna kemerahan dari senyawa Pb-ditizonat, seperti yang terlihat pada reaksi dibawah ini.

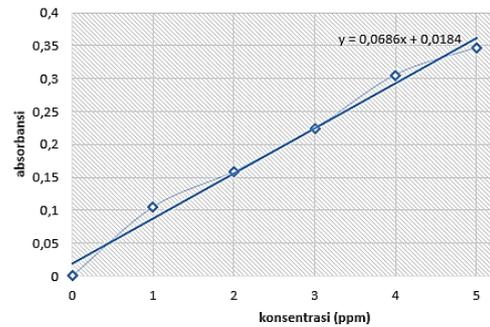


Gambar 3 Reaksi Dithizon dengan Logam Pb

Senyawa kompleks Pb-ditizonat terbentuk, diukur spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 520 nm. Validasi perlu dilakukan pada metode analisis yang baru dikembangkan, pengembangan dari metode analisis yang sudah ada sebelumnya, atau penggunaan metode yang sudah ada sebelumnya, namun pada kondisi yang berbeda. Metode analisis yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh pada penelitian perlu divalidasi untuk membuktikan bahwa hasil yang diperoleh adalah hasil yang benar dan dapat dipercaya. Beberapa parameter validasi yang dilakukan antara lain adalah uji linearitas, % *recovery*, uji batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ) serta uji presisi. Dalam penelitian ini hanya dilakukan uji linieritas dan % *Recovery*.

Absorbansi yang dihasilkan akan memiliki hubungan linier dengan konsentrasi analit yang diukur, sesuai dengan hukum Lambert-Beer yang biasa disebut dengan kurva kalibrasi. Kurva tersebut digunakan untuk menentukan konsentrasi sampel berdasarkan absorbansi yang dihasilkan melalui persamaan garis liniernya. Sedangkan hasil pengukuran nilai *recovery* diperoleh 96,5%. Nilai tersebut diperoleh dengan cara membandingkan larutan standar 5 ppm yang diukur pada panjang

gelombang maksimum 520 nm, dengan hasil pengukuran 4,82 ppm. Nilai 96,5% memenuhi standar AOAC yang menyatakan untuk analit 100 ppb -10 ppm harus masuk pada rentang 80-110%. Selanjutnya dilakukan penentuan kadar timbal pada panjang gelombang maksimum 520 nm tersebut.



Gambar 4 Kurva Kalibrasi

Menurut Badan Standarisasi Nasional dan Balai Pengawasan Obat dan Makanan (2009), batas maksimum cemaran logam Pb^{2+} adalah sebesar 2 mg/Kg. Hasil analisis menunjukkan $r = 0,9993$ dengan persamaan regresi linier $y = 0,0686x + 0,0184$. Dengan diperolehnya koefisien korelasi yang mendekati nilai 1 dan nilai *recovery* 96,5%, maka metode spektrofotometri-vis dapat diaplikasikan pada sampel. Kadar sampel diperoleh sebesar 1,03 mg/Kg. Meskipun kadar Pb^{2+} pada kerang hijau yang beredar di pasaran, khususnya di Pasar Atas Baru Cimahi, masih dalam batas aman, tetapi perlu diperhitungkan jumlah konsumsi kerang berdasarkan porsi konsumsi, sehingga logam berat yang masuk ke dalam tubuh tidak melebihi batas toleransi yang diperbolehkan.

KESIMPULAN

Hasil analisis yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan:

1. Uji kualitatif sampel kerang hijau, yang dijual di Pasar Atas Baru Cimahi, positif terdapat logam timbal
2. Kandungan cemaran logam berat timbal dalam kerang hijau, sebesar 1,03 mg/Kg
3. Berdasarkan peraturan yang ditetapkan oleh Badan Standarisasi Nasional 2009, kadar timbal dalam kerang hijau yang dianalisis belum melewati batas aman yang ditentukan, yaitu 2 mg/Kg.

SARAN

1. Untuk memperoleh hasil yang lebih akurat, maka pada penelitian selanjutnya, supaya dilakukan uji presisi, uji akurasi, LoD dan LoQ.
1. Perlu diperhitungkan jumlah konsumsi kerang, sesuai rekomendasi WHO, PTWI

(Provisional Tolerable weekly Intake) untuk logam timbal adalah 25 mg/Kg berat badan/minggu.

DAFTAR PUSTAKA

1. Alsamarai, KF, 2011, *Spectrophotometric Assay of Lead in Human Hair Samples by using Alizarin RED (S) in Samarra Area*, Samarra. J. Of University of Anbar for Pure Science, Vol 5 (3).
2. Badan Pengawas Obat dan Makanan, 1989, *Batas Maksimum Cemaran Logam Dalam Makanan*, Kementrian Kesehatan RI, Jakarta.
3. Badan Standar Nasional, 2009, *Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan*, SNI 7387-2009, BSN, Jakarta.
4. Emawati,E., Aprianto,R., Musfiroh,I., 2015, *Analisis Timbal dalam Kerang Hijau, Kerang Bulu, dan Sedimentasi di Teluk Jakarta*, Indo J Phar. Scie. Tech. Vol 2, No. 3, 105-111
5. Hardianti, R., Anita, S., Hanifah, AT., 2015, *Analisa Logam Berat Timbal, Kadmium, Kromium pada Kerang Bulu di Perairan Dumai*, FMIPA, Universitas Riau, Riau.
6. Kamaruzzaman BY, Ong MC, Rina SZ, Joseph B. *Level of some heavy metals in fishes from Pahang river estuary, Pahang, Malaysia*. Journal of Biological Science. 2010;10:157-1161.
7. Khopkhar, SM, 2010, *Konsep Dasar Instrumentasi Kimia*, UI-Press, Jakarta.
8. Palar, H., 2008, *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*, Rineka Cipta, Jakarta, 152p.
9. Rochyatun E, Rozak A. *Pemantauan kadar logam berat dalam sedimen di perairan Teluk Jakarta*. MAKARA, SAINS, 2007;11(1):28-36.
10. Sasnita, Karina, S., Nurfadillah, 2017, *Analisis Logam Pb pada Kerang Air Laut di Kawasan Pelabuhan Nelayan Gampong Deah Glumpang Kota Banda Aceh*, Jurnal Ilmiah Mahasiswa Kelautan dan Perikanan Unsyiah, Vol. 2, No. 2, 74-79
11. Setiawan, H., 2014, *Pencemaran Logam Berat di Perairan Pesisir Kota Makassar dan Upaya Penanggulangannya*, Info Teknik Eboni, 11(1) 1-13.
12. Setyobudiandi, I., 2000, *Sumber Daya Hayati Moluska Kerang Mytilidae*. Laboratorium Manajemen Sumberdaya Perikanan. Manajemen Sumberdaya Perairan. Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan. Institut Pertanian Bogor, Bogor.
13. SNI 6989-8-2009 *Analisa Logam Pb, Cr, dengan Spektrofotometri Serapan Atom*.
14. Ratnawati dan Sunarko, 2014, *Penentuan Kadar Timbal dan Kadmium dalam Kerang Hasil Budidaya Perikanan di Kabupaten Cirebon*, IPB, Bogor.
15. Sukorini, U., Nugroho, D.K., Rizki, M dan Hendrawan, P.J.B, 2010, *Pemantapan Mutu Internal Laboratorium Klinik*, Kanamedika dan Alfamedia, Yogyakarta.
16. Anonim. http://en.wikipedia.org/wiki/sodium_meta_bisulfite. (Diakses pada 11 September 2018).
17. Anonim, 2013, *Alizarin* URL: Wikipedia.org/wiki/Alizarin. The free encyclopedia. Html. (Diakses tanggal 11 September 2018).
18. <http://www.justtryandtaste.com/2011/11/kerang-hijau>. (Diakses pada 11 September 2018).