

ANALISIS CEMARAN Pb DALAM AIR PERSEDIAAN DI TANGKI KAPAL TARIK

Neti Cahyaningsih, Tjiptasurasa, Wiranti Sri Rahayu

Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Puwokerto, Jl. Raya Dukuhwaluh,
PO BOX 202, Purwokerto 53182

ABSTRAK

Kapal tarik merupakan sarana transportasi laut yang dapat digunakan untuk melakukan bermacam pekerjaan seperti menarik, menunda, menggandeng dan menambatkan kapal-kapal dan alat apung lainnya. Biasanya untuk pengambilan air persediaan kapal diambil dari sumber terdekat dengan pelabuhan dan dalam penyimpanan di tampung dalam tangki yang terbuat dari besi baja. Hal ini mungkin terjadinya pencemaran logam terutama timbal. Timbal adalah logam yang memiliki toksisitas yang tinggi terhadap manusia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui adanya cemaran logam Pb dalam air tangki kapal tarik dan menetapkan kadar cemarannya. Analisis kuantitatif dilakukan dengan metode Spektrofotometri serapan Atom pada panjang gelombang Pb 283,3 nm. Pengambilan sampel untuk penelitian ini menggunakan metode langsung dan preparasi sampel dengan metode destruksi basah. Sampel didestruksi menggunakan larutan asam nitrat. Dari 7 sampel yang ada menunjukkan kadar logam dalam air tangki kadar rata-rata 7,28 ppm. Hasil validasi metode yang telah dilakukan meliputi uji linearitas, uji presisi dan uji akurasi. Pada uji linearitas didapat harga koefisien korelasi (r) sebesar 0,99 dan persamaan regresi linear kurva baku $y = 0,01225x - 0,00095$ dengan *Limit Of Detection* (LOD) dan *Limit Of Quantitation* (LOQ) masing-masing 0,061 dan 0,2 ppm. Pada uji presisi diperoleh nilai *Standard Deviation* (SD), *Relative Standard Deviation* (RSD) dan ketelitian alat masing-masing $1,212 \times 10^{-4}$; 1,98% dan 98,02%. Pada uji akurasi diperoleh nilai persen perolehan kembali (recovery) rata-rata dan kesalahan sistemik masing-masing adalah 88,43% dan 11,57%. Pada sampel air tangki kapal tarik terdeteksi adanya cemaran logam timbal (Pb) yang melebihi batas kadar yang diperbolehkan dalam PERMENKES 492/MENKES/PER/IV/2010 yaitu 0,01 mg/L.

Kata kunci: timbal (Pb), spektrofotometri serapan atom, kapal tarik.

ABSTRACT

Tug boat is the transportasion equipment in the sea that can be used to conduct many of job that like to drag, postpone, pool, and anchor the ship and other floating equipment. Usually to the water for the ship supply taken from the closest place to the port and so save the water put in the tank that made from the steel. In is possible occur the pollution of metal element especially timbale. Timbale is the metal element that has the high toxicity that endanger to the human. The purpose of this research is to find out the existance pollution of metal Pb element in the water inside the dragger ship tank and determines the rate of pollution. Quantitative analysis is conducted by using method of spectrophotometer o atomic absorption with the length of wave Pb 283,3 nm. The taking

sample in this research uses direct method of wet destruction uses acid nitrate solution. From the 7 sample in the research they show the metal rate in the in the water inside the dragger ship tank with their average 7,28 ppm. The result of method validation that has been conducted involves the linearity test, precisions test, accuracy test. In the linearity test it is obtained the correlation coefficient test (r) 0,99 and linear regression similarity of formal curve $y = 0,01225x - 0,00095$ by using Limit of Detection (LOD) and their each Limit Of Quantization (LOQ) 0,061 and 0,2 ppm. In the precision test it is obtained the value Standard Deviation (SD), Relative Standard Deviation (RSD) and the detail precision of tools $1,212 \times 10^{-4}$; 1,98% and 98,02%. in the accuracy test is obtained the percentage value of average recovery and each systemic mistake is 88,43% and 11,57%. The sample of water in the inside of dragger ship tank it has been detected the metal timbale pollution (Pb) that exceed of limitation rate that has been obtain in the PERMENKES 492/ MENKES/PER/IV/2010 is 0,01 mg/L.

Keyword: lead (Pb), atomic absorption spectrophotometry, tugboat.

Pendahuluan

Wilayah pesisir pantai Cilacap merupakan pusat kawasan industri yang banyak terdapat kegiatan industri seperti pabrik gula, semen, pertambangan minyak alam, pelabuhan, PLTU dan wisata bahari. Ekosistem pantai merupakan kawasan yang lebih mendominasi aktifitas di darat. Kandungan logam berat seperti timbal (Pb), kadmium (Cd), dan air raksa (Hg) merupakan logam yang memiliki toksisitas yang tinggi.

Timbal (Pb) pada awalnya adalah logam berat yang secara alami terdapat di dalam kerak bumi. Namun, timbal juga bisa berasal dari kegiatan manusia bahkan mampu mencapai jumlah 300 kali lebih banyak dibandingkan Pb alami.

Dampak dari timbal sendiri sangat berbahaya bagi manusia,

terutamanya bagi anak-anak. Di antaranya dapat menghambat aktivitas enzim, mempengaruhi jaringan atau organ tubuh yang akan terakumulasi dalam tulang, menyebabkan keracunan akut dan kronis, bahkan dapat menyebabkan kematian.

Penelitian Bapedalda Sumatera utara pada tahun 2003 menunjukkan bahwa di beberapa titik di sungai Belawan, kandungan logam berat seperti merkuri (Hg), timbal (Pb), kuprum (Cu), dan seng (Zn) ratusan kali lipat lebih tinggi dari batas ambang yang diperbolehkan.

Dalam kapal tarik terdapat tangki penampungan air yang digunakan sebagai air konsumsi oleh awak kapal. Sebagian masyarakat tidak memperhatikan kualitas dari air yang diambil. Padahal lingkungannya terdapat

dalam zona kawasan industri. Dalam hal ini kemungkinan terdapat pencemaran logam, apalagi tangki yang digunakan terbuat dari besi baja.

Permasalahan yang timbul dari uraian di atas yaitu apakah air konsumsi kapal tercemar logam berat khususnya timbal yang berbahaya bagi awak kapal, sehingga perlu dilakukan penelitian tentang identifikasi Pb dalam air tangki kapal. Metode yang digunakan adalah Spektrofotometri Serapan Atom, karena alat ini cukup spesifik dan sensitif untuk analisis logam.

Metode Penelitian

Bahan dan Alat

Bahan percobaan yang digunakan berupa air konsumsi dalam tangki kapal Tugboat. Bahan kimia yang digunakan adalah bahan kimia berkualitas pro analisis (p.a) antara lain : akuabides (*otsuka*), asam nitrat pekat (p.a) (*Merck*), Larutan standar timbal Pb (NO_3)₂ 1000 ppm (p.a) (*Merck*).

Peralatan yang digunakan antara lain : Spektrofotometer serapan atom Perkin Elmer 5100 PC, alat-alat gelas yang biasa digunakan di Laboratorium Analisis, pemanas listrik, lemari asam, kertas saring *whatman* 42.

Cara Kerja

Pengambilan Sampel

Pengambilan Sampel dilakukan secara langsung dalam 2 kapal tugboat di Pelabuhan Tanjung Intan Cilacap.

Penyiapan Sampel dan Proses Destruksi.

Sampel air tangki diambil sebanyak 100 ml dimasukkan dalam Erlenmeyer ditambah dengan 10 ml HNO_3 . Campuran dipanaskan perlahan-lahan sampai mendidih. Destruksi dihentikan setelah diperoleh larutan yang jernih, kemudian dinginkan. Setelah dingin disaring dengan kertas whatman no.42, hasil destruksi kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 ml, dan di tambah dengan akuabides sampai batas tanda.

Penyiapan Larutan Stok Pb (NO_3)₂ 10 ppm

Dilakukan dengan cara pengenceran terhadap larutan standar Pb (NO_3)₂ 1000 ppm. Larutan standar Pb (NO_3)₂ 1000 ppm diambil sebanyak 1 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 100 ml, ditambahkan akuabidestilata sampai tanda batas sehingga didapat larutan standar Pb 10 ppm.

Pembuatan Seri Standar

Larutan baku Pb(NO_3)₂ 10 ppm diambil 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml.

Diencerkan dengan akuabidestilata sampai batas maka didapat larutan baku $Pb(NO_3)_2$ untuk kurva baku 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 ppm. Dari data serapan, selanjutnya dihitung persamaan kurva baku sehingga diperoleh persamaan garis $y=b x + a$.

Analisis Kuantitatif Kandungan logam Pb

Larutan uji diukur serapannya pada alat SSA. Larutan uji diaspirasikan pada alat SSA, prosedur kerjanya meliputi : Instrument dan komputer dinyalakan kemudian dicek kesiapan alat (lampu katoda, gas, tekanan detektor, pemanas, dll), dan buang kelebihan gas. Langkah berikutnya pompa kompresor dinyalakan, lalu larutan uji diaspirasikan. Apabila ada serapan yang terbaca pada panjang gelombang 283,3 nm, maka cuplikan tersebut positif mengandung timbal.

Validasi Metode Analisis

Uji presisi alat

Larutan baku timbal dengan konsentrasi 0,6 ppm diaspirasikan pada alat SSA sebanyak 5 kali. Hasil serapan

digunakan untuk menghitung serapan rata-rata dari percobaan yang dilakukan, harga SD (*Standard Deviation*).

Uji akurasi metode

Diambil sampel air minum secara duplo sebanyak 100ml. Kemudian salah satu sampel ditambahkan larutan Pb 10ppm sebanyak 2 ml dan sampel satunya tidak ditambah larutan Pb. Setelah itu ditambahkan HNO_3 sebanyak 10 ml, campuran dipanaskan perlahan-lahan sampai larutan jernih dan dinginkan. Setelah dingin disaring dengan kertas whatman no. 42. Larutan uji diambil dan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan diadkan dengan aquabidest sampai batas tanda. Larutan tersebut di aspirasikan pada alat SSA dengan panjang gelombang 283,3 nm dan replikasi sebanyak 3x.

Hasil serapan digunakan untuk menghitung nilai perolehan kembali (*Recovery*), dan kesalahan sistematis. Nilai perolehan kembali dapat dihitung dengan persamaan :

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{\text{Kadar terukur}}{\text{Kadar sebenarnya}} \times 100\%$$

Kesalahan sistematis merupakan tolak ukur inakurasi penetapan kadar. Kesalahan ini dapat terjadi karena

kesalahan pengukuran. Nilai kesalahan sistematis diperoleh dengan persamaan:
Kesalahan sistematis = 100 % - P %

Keterangan : P % = Harga perolehan kembali (*recovery*)

Larutan standar Pb dengan seri kadar 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 ppm diinjeksikan pada alat SSA. Kurva baku yang diperoleh digunakan untuk mencari logam Pb yang ada pada sampel.

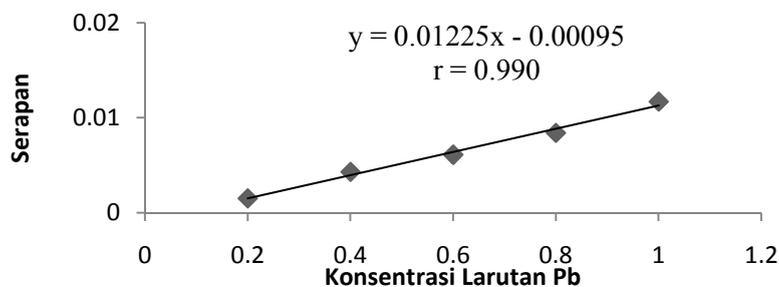
Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibrasi larutan standar. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai slope (b) pada persamaan garis linier $y = bx + a$, sedangkan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual (Sy/x).

Hasil dan Pembahasan

Uji linearitas dilakukan dengan larutan standar $Pb(NO_3)_2$ dengan konsentrasi 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 ppm. Hasil yang diperoleh dapat dilihat dalam tabel 1. Dari data yang diperoleh, didapat hubungan tegak lurus antara konsentrasi Pb dengan absorbansi sehingga diperoleh persamaan $y = 0,01225x - 0,00095$ dengan slope = 0,01225; intersep -0,00095 dan untuk r hitung 0,99. Dalam uji linearitas r hitung 0,99 lebih besar dari r tabel yaitu dengan taraf kepercayaan 99% 0,874.

Tabel 1. Data hasil uji linearitas dengan perbandingan konsentrasi dan absorbansi.

Konsentrasi Pb	Absorbansi
0,2	0,0015
0,4	0,0043
0,6	0,0061
0,8	0,0084
1,0	0,0117
Slope	0,01225
Intersep	-0,00095
R	0,99051155



Gambar 1. Hubungan antara konsentrasi baku Pb dan serapan menghasilkan persamaan garis lurus $y = 0,01225x - 0,00095$.

Uji presisi ini dilakukan dengan mengaspirasikan secara berulang-ulang larutan baku $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dengan konsentrasi 0,6 ppm.

Tabel 2. Hasil data uji presisi dengan perbandingan antara konsentrasi Pb 0,6 ppm dan absorbansi

Konsentrasi Pb (ppm)	Absorbansi
0,6	0,0060
0,6	0,0060
0,6	0,0061
0,6	0,0062
0,6	0,0062
0,6	0,0063
SD	$1,212 \times 10^{-04}$
% RSD	1,98
% Ketelitian alat	98,02

Dari hasil percobaan nilai SD $1,212 \times 10^{-04}$; dan nilai RSD 1,98%. Nilai RSD yang baik adalah kurang dari atau sama dengan 2% dan hasil yang didapat adalah kurang dari 2%. Dari hasil RSD yang didapat maka dapat diketahui nilai % ketelitian alat yaitu 98,02%.

Limit Of Detection (LOD) dan *Limit Of Quantitation* (LOQ)

Dari hasil percobaan yang dilakukan batas deteksi dan batas kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui persamaan $y = 0,0196x - 9,5 \times 10^{-4}$ dan didapat jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi yaitu 0,067 ppm dan kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memberikan pengukuran yang cermat dan seksama adalah 0,22 ppm.

Dalam uji akurasi dilakukan secara aditif yaitu satu sampel dtambahkan standar $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ dan yang satu sampel tanpa penambahan standar. Persen rata-rata kecermatan adalah 88,77%, sehingga nilai tersebut masih masuk dalam parameter persen kecermatan yaitu 80-120%. Kesalahan sistematik merupakan tolak ukur inakurasi penetapan kadar.

Tabel 3. Hasil data uji akurasi % keterulangan (*Recovery*) dengan sampel yang tanpa penambahan Pb (NO_3)₂ 0,2 ppm dan sampel yang diberi penambahan Pb(NO_3)₂ 0,2 ppm.

Sampel Tanpa Penambahan Larutan Standar Pb (NO_3) ₂ 0,2 ppm		Sampel dengan Penambahan Larutan Standar Pb (NO_3) ₂ 0,2 ppm		% Recovery P (%)
Replikasi	Absorbansi	Replikasi	Absorbansi	
1	0,0061	1	0,0085	97,95
2	0,0066	2	0,0087	85,75
3	0,0057	3	0,0077	81,6
		Σ		266,3
		\bar{x}		88,77

Kesalahan ini dapat terjadi karena kesalahan pengukuran. Harga kesalahan sistematik diperoleh dengan persamaan: Kesalahan sistemik = $100 - P\%$ (rata-rata recovery)

Sehingga diperoleh nilai sistemik 11,23%. Hal ini menunjukkan dalam pengerjaan terjadi kesalahan dalam pengukuran, seperti ketelitian dalam pengenceran.

Analisis sampel

Larutan uji dari masing-masing sampel diperoleh dengan cara destruksi basah dan direplikasi sebanyak tiga kali, kemudian diaspirasikan dalam AAS.

Tabel 4. Hasil analisis kuantitatif kadar cemaran Pb dalam sampel.

Kode	Repli kasi	Serapan	Kadar Sampel
A	1	0,0059	5,59 ppm
	2	0,0063	5,92 ppm
	3	0,0080	7,31 ppm
B	1	0,0078	7,14 ppm
	2	0,0076	6,98 ppm
	3	0,0069	6,41 ppm
C	1	0,0079	7,22 ppm
	2	0,0089	8,04 ppm
	3	0,0073	6,73 ppm
D	1	0,0095	8,53 ppm
	2	0,0083	7,55 ppm
	3	0,0085	7,71 ppm
E	1	0,0095	8,53 ppm
	2	0,0102	9,10 ppm
	3	0,0092	8,28 ppm
F	1	0,0102	9,10 ppm
	2	0,0103	9,18 ppm
	3	0,0094	8,45 ppm
G	1	0,0099	8,86 ppm
	2	0,0096	8,61 ppm
	3	0,0091	8,20 ppm

Dari hasil data dari tabel 4 diperoleh maka rata-rata kadar adalah 7,78 ppm sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel air tangki kapal mengandung logam timbal yang melebihi batas kadar yang diperbolehkan dalam Peraturan Menkes Nomor 492/MENKES/PER/IV/2010 yaitu 0,01 mg/L.

Air tangki kapal tarik kemungkinan tercemar logam Pb karena pengambilan sumber air dekat dengan kawasan industri. Di daerah sekitar pantai dapat kontaminasi logam yang berasal dari mulut sungai yang terkontaminasi oleh limbah buangan industri atau pertambangan. Sebagian awak kapal mengambil solusi tertentu, dengan menggunakan air mineral isi ulang, tetapi untuk kegiatan mencuci, memasak dan dalam keadaan darurat masih menggunakan air tangki kapal. Awak kapal untuk kapal-kapal besar memang sudah memiliki alat filter tertentu sehingga air dapat langsung dikonsumsi, sedangkan untuk kapal tarik hanya memiliki alat pompa air biasa dan tidak semua kapal tarikt memiliki alat filter pada bagian ujung pipa hisapnya.

Kesimpulan

Pada sampel air tangki kapal tarik terdeteksi adanya logam Pb. Jumlah kadar Pb yang ada dalam air sampel melebihi parameter yang ditetapkan oleh menteri kesehatan dalam Peraturan Menkes Nomor 492/MENKES/PER/IV/2010.

Daftar Pustaka

- Anonim. 2006. *Air Minum Dalam Kemasan SNI-3553-2006*. Badan Standar Nasional Indonesia.
- _____. 2008. *Lingkungan Hidup dan Pencemarannya*. Jakarta: UI-Press.
- Athena, M. Anwar, M. hendro, dan Muhasim. 2003. *Kandungan Pb, Cd, Hg dalam Air Minum dari Depot Air Minum Isi Ulang di Jakarta, Tangerang dan Bekasi*. Pusat Penelitian dan Pengembangan Ekologi Kesehatan.
- Darmono. 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Mahkluk Hidup*. Jakarta: UI-Press
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol. 1.
<http://168-pencemaran-pb-timbal.htm>.
Diakses pada tanggal 28 Oktober 2010 8:32.
- <http://personal.chem.itb.ac.id/amran/>.
Diakses pada tanggal 6 Februari 2012 11:26.
- Kopkar, S.M. 2007. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press
- Kusnaedi. 2010. *Mengelola Air Kotor Untuk Air Minum*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Klaassen, C. D., M. O. Amdur, J. Doull. 1986. *Toxicology The Basic Science of Poisons*. New York: Macmillan Publishing Company.
- Mutiatikum, D. D., Isnawati, A., & Raini, M., 1993. Pengembangan Metode Analisis Logam Berat (Pb) dengan cara AAS. *Cermin Dunia Farmasi*. No: 16. p.31-34.
- Mahida, U.N. 1981. *Pencemaran Air dan Pemanfaatan Limbah Industri*. Jakarta: CV. Rajawali.
- Palar, H. 1994. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: PT Rineka Cipta.
- PT. Pelabuhan Indonesia I. *Pemantauan Lingkungan Pelabuhan Belawan*. Medan: Laboratorium Lingkungan BAPEDALDA Propinsi Sumatera Utara; 2004. Hal 4-8.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Salbiah, Effendy, Chalikuddin. 2009. *Analisis Logam Pb, Cd, Cu, dan Zn dalam Ketam Batu, dan Lohan Segar yang Berasal dari Perairan Belawan Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Majalah Kedokteran Nusantara Volume 42.
- Sjamsudin, U. 1995. *Logam Berat dan Antagonis, Dalam: Ganiswara, S.G. (Ed). Farmakologi dan Terapi*. Edisi 4 Cetakan Ulang 2002. Jakarta: Bagian Farmakologi Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia Press.
- Svehla, G. 1985. *Vogel Buku Tesk Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro ed. lima*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka.
- Widowati, W., Sastra, S., J.R., Raymond. 2008. *Efek Tosik Logam*. Yogyakarta: C.V. Andi