

**Analisis Cemaran Logam Berat Timbal (Pb) dalam Kerang Darah
(*Anadara granosa*) dan Kerang Patah (*Meretrix lyrata*) di Muara Angke
Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom**

Nadiah Ayu Nurjannah
Jurusan Farmasi Poltekkes Bandung
e-mail : nadahayunurjannah@gmail.com

ABSTRAK : Pencemaran perairan oleh logam berat di daerah perairan yang merupakan tempat tinggal biota laut sangat membahayakan karena banyak dikonsumsi oleh masyarakat. Salah satu jenis biota yang dimanfaatkan karena populasinya cukup besar sebagai sumber bahan makanan yang digemari masyarakat adalah kerang darah dan kerang patah. Keberadaan cemaran logam berat dalam kerang yang umum dikonsumsi masyarakat Indonesia dapat menimbulkan berbagai masalah kesehatan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar cemaran logam berat timbal (Pb) dalam kerang darah (*Anadara granosa*) dan kerang patah (*Meretrix lyrata*) yang diperoleh dari Muara Angke menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang yang spesifik untuk logam timbal yaitu 283,3 nm. Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa kadar timbal pada kerang darah 1,1267; 0,0939; 0,4692 µg/g bobot basah, sementara pada kerang patah 0,8450; 0,4883; 0,7323 µg/g bobot basah. Berdasarkan peraturan yang ditetapkan oleh Badan Standarisasi Nasional 2009, kadar timbal pada kedua sampel masih layak dikonsumsi dan belum melewati batas aman yang ditentukan oleh BSN 2009 untuk jenis kekerangan yaitu 1,5 µg/g.

Kata Kunci : Timbal, Kerang Darah, Kerang Patah, Muara Angke, Spektrofotometer Serapan Atom

Analysis of Lead (Pb) Heavy Metal Contamination in Blood Shell (*Anadara granosa*) and White Clam (*Meretrix lyrata*) at Muara Angke by Atomic Absorption Spectrophotometer

ABSTRAK : *Heavy metal pollution of waters by oceans where place biota live is very dangerous because that consumed by many people. One of types biota that utilized because a large population as a food ingredients that is favored by the public is the blood shell (*Anadara granosa*) and white clam (*Meretrix lyrata*). Contamination of heavy metals in shell that commonly consumed by Indonesian people may cause various health problems. The study aimed to determine levels of lead (Pb) in blood shell (*Anadara granosa*) and white clam (*Meretrix lyrata*) from Muara Angke were analyzed by Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) at specific wavelength, which 283,3 nm. Results this search showed that blood shell contained lead 1,1267; 0,0939; 0,4692 µg/g wet weight, and white clam 0,8450; 0,4883; 0,7323 µg/g wet weight. Under the regulation set by Badan Standarisasi Nasional 2009, lead levels in blood shell (*Anadara granosa*) and white clam (*Meretrix lyrata*) is still viable to consumed and have not crossed the line safely determined by BSN 2009 for this type of kekerangan i.e. 1.5 µg/g.*

Keywords : *Lead, Blood Shell, White Clam, Muara Angke, Atomic Absorption Spectrophotometer.*

PENDAHULUAN

Teluk Jakarta merupakan suatu wilayah yang berada di bagian Utara Kota Jakarta yang mengalami pencemaran akut. Keadaan tersebut terjadi karena Teluk Jakarta berada di dekat Ibu Kota Indonesia yang mengalami pertumbuhan industri, penduduk, dan pemukiman yang paling pesat dibandingkan dengan daerah lainnya¹. Pertumbuhan tersebut akan selalu diikuti oleh pertambahan jumlah limbah industri yang dihasilkan². Limbah industri yang dihasilkan seperti pengecoran, pengilangan minyak, petrokimia dan industri kimia, pembuangan gas bermotor, limbah pipa besi bekas, industri baterai, industri plastik, dan industri pewarna banyak terdapat di sekitar wilayah Jakarta dan merupakan sumber utama pencemaran dari logam berat³.

Logam berat termasuk zat pencemar karena sifatnya yang stabil dan sulit diuraikan. Banyaknya sumber logam berat di alam, meningkatkan pencemaran logam berat khususnya pada perairan yang terakumulasi pada rantai makanan hingga biota di perairan tersebut⁴.

Biota perairan yang mempunyai peranan paling tinggi dalam penyerapan logam berat di perairan adalah jenis krustasea seperti kerang, kepiting dan beberapa jenis udang⁴. Jenis biota laut seperti kerang memiliki potensi besar untuk dimanfaatkan karena populasinya cukup besar di perairan Indonesia juga dimanfaatkan sebagai sumber bahan makanan yang cukup banyak dikonsumsi oleh masyarakat karena harganya yang terjangkau dan merupakan salah satu sumber protein bermutu tinggi⁵.

Jenis kerang-kerangan merupakan jenis biota khas yang dapat mengakumulasi logam berat, hal ini dikarenakan kerang mempunyai mobilitas yang rendah sehingga tidak dimungkinkan menghindari bahan pencemar yang mencemari lingkungan hidupnya. Kerang merupakan biota

yang potensial terkontaminasi logam berat karena sifatnya yang *filter feeder*, hal ini menyebabkan kerang sering digunakan sebagai bioindikator dalam pemantauan tingkat akumulasi logam berat pada organisme laut⁶. Akumulasi logam berat timbal (Pb) sering terjadi pada kerang mentah dan menyebabkan keracunan bagi masyarakat yang mengkonsumsinya karena toksisitasnya yang tinggi^{7,8}.

Timbal (Pb) mempunyai arti penting dalam dunia kesehatan bukan karena penggunaan terapinya, melainkan lebih disebabkan karena toksisitasnya. Absorpsi timbal di dalam tubuh sangat lambat, sehingga terjadi akumulasi dan menjadi dasar keracunan yang progresif⁹. Paparan timbal (Pb) terhadap tubuh dapat menyebabkan efek yang luas, seperti efek pada perkembangan sistem saraf, mortalitas (kebanyakan 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)¹⁰.

Unsur-unsur logam berat dapat masuk ke dalam tubuh manusia melalui makanan. Peningkatan kadar logam berat dalam perairan akan disertai dengan peningkatan kadar logam berat dalam tubuh kerang dan biota lainnya. Sehingga pencemaran perairan oleh logam berat dapat mengakibatkan kerang yang hidup di dalamnya tercemar dan pemanfaatan kerang sebagai makanan akan membahayakan kesehatan bagi masyarakat yang mengkonsumsinya⁵.

Beberapa penelitian menyebutkan bahwa Teluk Jakarta khususnya Muara Angke telah terkontaminasi cemaran logam berat. Logam berat timbal (Pb) ditemukan dalam hasil olahan ikan asin tenggiri (*Scomberomorus sp.*) 0,9412; 0,9443; 0,9516 µg/g bobot basah, sedangkan

pada ikan teri kering (*Stolephorus spp.*) 0,7151; 0,7153; 0,7158 µg/g bobot basah. Kadar logam berat kadmium (Cd) ditemukan dalam hasil olahan ikan asin tenggiri (*Scomberomorus sp.*) 0,0394; 0,0434; 0,0424 µg/g, sedangkan pada ikan teri kering (*Stolephorus spp.*) 0,1060; 0,1122; 0,1179 µg/g (Ridwan, 2011). Emawati dkk (2015) menemukan logam berat timbal (Pb) pada kerang bulu (*Anadara inflanta* R.) ($22,64 \pm 4,66$ µg/g) dan kerang hijau (*Perna viridis* L.) ($13,98 \pm 1,92$ µg/g). Hasil penelitian di atas menunjukkan bahwa hasil olahan ikan dan kerang yang berasal dari Muara Angke dikatakan positif tercemar karena hasil penelitiannya sudah melewati ambang batas yang ditetapkan oleh Badan Standarisasi Nasional (2009) yaitu untuk olahan ikan (0,3 µg/g) dan kekerangan (1,5 µg/g) ¹¹.

Oleh karena itu, hasil tangkapan laut perlu diwaspadai terhadap pencemaran logam berat, khususnya jenis kerang yang habitatnya berada di dasar perairan. Mengingat pencemaran terjadi secara terus menerus karena adanya penambahan industri, dan diduga akan berpengaruh pada terjadinya perubahan konsentrasi logam berat di perairan dari waktu ke waktu. Selain itu, analisis logam berat pada biota perairan memberikan informasi mengenai dampak potensial dari konsumsi makanan laut pada kesehatan masyarakat. Berdasarkan latar belakang di atas, maka dalam penelitian ini dilakukan analisis untuk mengukur kandungan cemaran logam berat timbal (Pb) dalam kerang darah (*Anadara granosa*) dan kerang patah (*Meretrix lyrata*) yang berasal dari Muara Angke menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

METODE

Jenis penelitian ini menggunakan metode deskriptif. Populasi dalam penelitian ini adalah seluruh kerang darah (*Anadara granosa*) dan kerang patah (*Meretrix lyrata*) yang berasal dari Muara Angke.

Sampel yang digunakan adalah kerang darah (*Anadara granosa*) dan kerang patah (*Meretrix lyrata*) yang diperoleh dari penjual kerang yang berada di wilayah Muara Angke.

Metode yang digunakan merupakan metode analisis, yaitu melihat cemaran logam berat timbal (Pb) dalam sampel menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan cara destruksi basah. Kerang darah dan kerang patah terlebih dahulu dipisahkan dari cangkangnya, lalu diambil jaringan lunaknya, dicuci dengan air hingga bersih, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 70-80°C selama 6 jam. Kemudian dihaluskan menggunakan blender.

Sampel yang telah halus ditimbang sebanyak 0,5 g dan dimasukkan dalam vessel kemudian ditambahkan dengan asam nitrat pekat dan hidrogen peroksida. Vessel dimasukkan ke *High Performance Microwave Digestion System* kemudian didestruksi pada suhu 180°C selama 30 menit. Hasil destruksi yang telah dingin lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 25 ml dan dicukupkan volumenya dengan asam nitrat. Larutan disaring menggunakan membran filter. Filtrat digunakan sebagai larutan sampel adisi.

Pembuatan larutan asam nitrat 0,1 N dilakukan dengan cara sebanyak 7 ml asam nitrat 65% dimasukkan dalam labu ukur 1000 ml lalu ditambahkan aquadest sampai tanda batas. Mengambil larutan timbal 1000 ppm sebanyak 1000 µl menggunakan mikropipet kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml dan dicukupkan volumenya dengan asam nitrat. Larutan digunakan sebagai larutan kerja timbal 100 ppm. Mengambil larutan timbal 100 ppm sebanyak 1000 µl menggunakan mikropipet kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml dan dicukupkan volumenya dengan asam nitrat. Larutan digunakan sebagai larutan kerja timbal 10 ppm.

Kurva kalibrasi larutan standar timbal dibuat dengan cara, larutan kerja

timbal 10 ppm masing-masing dipipet 100; 300; 500; 700; 900; 1100; 1300 µl menggunakan mikropipet, kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml dan dicukupkan volumenya dengan asam nitrat. Larutan merupakan larutan standar timbal dengan 7 varian konsentrasi, yaitu 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3 ppm, kemudian serapan masing-masing konsentrasi diukur pada panjang gelombang 283,3 nm.

Uji linearitas dilakukan dengan cara pembuatan satu seri larutan timbal dengan konsentrasi 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3 ppm, kemudian serapan masing-masing konsentrasi diukur pada panjang gelombang 283,3 nm.

Uji batas deteksi dan kuantitasi dilakukan dengan pembuatan satu seri larutan timbal dengan konsentrasi 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3 ppm, kemudian serapan masing-masing konsentrasi diukur pada panjang gelombang 283,3 nm. Batas deteksi dan batas kuantitasi dapat dihitung menggunakan rumus :

$$LoD = x + 3 sb$$

$$LoQ = x + 10 sb$$

Uji presisi dilakukan dengan mengukur sampel adisi yang ditambah dengan larutan standar 0,7 ppm, kemudian diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm dan dilakukan pengulangan sebanyak 7 kali. Hasil presisi dinyatakan dengan RSD (Residual Standar Deviasi).

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{n-1}}$$

$$RSD = \frac{SD}{x}$$

$$CV = RSD \times 100\%$$

Uji perolehan kembali dilakukan dengan metode adisi (penambahan baku), dengan mengambil salah satu sampel yang telah di destruksi. Kemudian menambahkan larutan standar timbal dengan konsentasi 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 0,9; 1,1; 1,3 ppm. Menambahkan 1 ml dari masing-

masing larutan sampel lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml dan dicukupkan volumenya dengan asam nitrat kemudian serapan masing-masing konsentrasi diukur pada panjang gelombang 283,3 nm.

HASIL

Hasil dari pengukuran absorbansi Standar Timbal (Pb) disajikan dalam Tabel. 1 berikut.

Tabel 1
Hasil Pengukuran Absorbansi Standar Timbal (Pb)

n=7	Konsentrasi (X)	Absorbansi (Y)
1	0.1000	0.0043
2	0.3000	0.0111
3	0.5000	0.0197
4	0.7000	0.0266
5	0.9000	0.0333
6	1.1000	0.0404
7	1.3000	0.465

Persamaan garis linear untuk standar timbal yaitu $y = 0,0355x + 0,0011$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,9983. Data tersebut menunjukkan bahwa kurva kalibrasi kadmium memiliki keakuratan dalam penentuan konsentrasi sebesar 99,98%. Hasil penentuan batas deteksi (LoD) dan batas kuantitasi (LoQ) dapat dilihat pada Tabel 2

Tabel 2
Hasil Penentuan Batas Deteksi (LoD) dan Batas Kuantitasi (LoQ)

Pengulangan Blanko	Absorbansi (y)
1	0.0000
2	0.0003
3	0.0006
4	0.0003
5	0.0004
6	0.0002
7	0.0005
Rata-rata	0.0003
SD	0.000197605
LOD	0.0009
LOQ	0.0036

Hasil pengukuran presisi Timbal dapat dilihat pada Tabel 3 berikut ini.

Tabel 3
Hasil Pengukuran Presisi Timbal

Sampel	Rata-rata Konsentrasi (mg/L)	Rata-rata Absorbansi	Simpang Baku	Simpang Baku Relatif (%)
A.1	0.8254	0.0304	0.0001414	0.0046520
A.2	0.8207	0.0302	0.0001211	0.0040057
A.3	0.8244	0.0304	0.0001751	0.0057668
B.1	0.7991	0.0295	0.0002943	0.0099906
B.2	0.8	0.0295	0.0001897	0.0064317
B.3	0.8023	0.0296	0.0002228	0.0075333
C.1	0.7981	0.0294	0.0002732	0.0092837
C.2	0.8009	0.0295	0.0002943	0.0099681
C.3	0.8033	0.0296	0.0002483	0.0083847
D.1	0.8192	0.0302	0.0001471	0.0048767
D.2	0.8192	0.0302	0.0038731	0.0038731
D.3	0.8202	0.0302	0.0001472	0.0048713
E.1	0.7911	0.0292	0.0001471	0.0050438
E.2	0.7972	0.0294	0.0001549	0.0052693
E.3	0.7892	0.0291	0.0001169	0.0040150
F.1	0.8465	0.0312	0.000104	0.0033669
F.2	0.8465	0.0312	0.000151	0.0048686
F.3	0.8474	0.0312	0.000147	0.0047203

Hasil perhitungan susut pengeringan dari sampel dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4
Hasil Perhitungan Susut Pengeringan

Sampel	W1	W2	Susut Pengeringan
A	66.6572	10.1334	84.79774
B	48.286	7.44	84.59181
C	72.1039	10.8274	84.98361
D	28.4903	5.6602	80.13289
E	23.1745	4.3353	81.2928
F	33.8905	6.0031	82.28678

Hasil pengukuran timbal dalam sampel dapat dilihat pada Tabel 5 berikut

Tabel 5
Hasil Pengukuran Timbal dalam Sampel

Sampel	Absorbansi	Kadar Terukur (µg/ml) (x)	Kadar Pb Sebenarnya (µg/ml)	Kandungan Pb Sampel (µg/g)
A	0.0031	0.0563	0.0563	1.1267
B	0.0013	0.0047	0.0047	0.0939
C	0.0019	0.0235	0.0235	0.4692
D	0.0026	0.0423	0.0423	0.8450
E	0.0020	0.0244	0.0244	0.4883
F	0.0024	0.0366	0.0366	0.7323

PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan untuk menganalisis dan menentukan kadar cemaran logam timbal (Pb) pada kerang darah dan kerang patah sehingga dapat diketahui kelayakan kedua jenis kerang tersebut untuk dikonsumsi oleh manusia. Sampel yang digunakan adalah kerang darah dan kerang patah yang diambil pada bulan Mei 2017 diperoleh dari penjual kerang di Muara Angke. Muara Angke merupakan suatu wilayah yang mengalami pencemaran akut karena berada di wilayah yang mengalami pertumbuhan industri dan tercemar karena limbahnya yang tidak dapat diolah dengan baik^{1,3}.

Sampel kerang darah dan kerang patah diperoleh dari 3 tempat penjual kerang yang berbeda yang berada di wilayah Muara Angke. Sampel kerang darah dan kerang patah yang didapat kemudian dimasukkan ke dalam wadah, diberi label, A; B; C; untuk kerang darah dan D; E; F; untuk kerang patah. Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam *styrofoam* untuk dibawa ke laboratorium analisis.

Kerang darah dan kerang patah terlebih dahulu dipisahkan dari cangkangnya, lalu diambil jaringan lunaknya, dicuci dibawah air mengalir hingga bersih. Kerang darah dan kerang patah yang sudah bersih

ditimbang bobotnya dan dikeringkan dalam oven pada suhu 70-80°C selama 6 jam sampai bobot konstan. Selanjutnya menghitung susut pengeringan dari hasil penimbangan bobot basah dan bobot kering yang diperoleh. Rata-rata susut pengeringan kerang darah adalah 84,80% dan rata-rata susut pengeringan kerang patah adalah 81,24%. Selama proses pengeringan, tidak ada logam yang berkurang atau hilang karena logam yang dianalisis dalam penelitian ini, yaitu timbal bersifat tahan panas dan memiliki titik didih yang sangat tinggi¹². Setelah bobot konstan, sampel dihaluskan dengan blender sampai menjadi partikel kecil. Sampel lalu disimpan pada suhu ruang sampai saatnya dianalisa¹¹.

Sampel didestruksi dengan menggunakan metode destruksi basah menggunakan asam HNO₃ pekat (65%) dan H₂O₂ dan menggunakan bantuan *microwave digestion system* pada suhu 180°C selama ±30 menit¹³. Teknik ini merupakan salah satu pengembangan dari metode destruksi basah untuk meningkatkan kecepatan reaksi kimia. Pada *microwave digestion system*, sampel dilarutkan dalam asam pekat kemudian dipanaskan dengan suhu dan tekanan tinggi. Kondisi ekstrim ini dapat melarutkan hampir semua material. Metode ini biasanya hanya memerlukan waktu beberapa menit saja, sedangkan jika menggunakan teknik konvensional, yaitu destruksi basah menggunakan *hot plate*, dibutuhkan waktu hingga beberapa jam¹⁴. Tujuan destruksi adalah memutuskan ikatan antara unsur logam dengan matriks sampel agar diperoleh logam dalam bentuk bebas sehingga dapat dianalisis dengan spektrofotometer serapan atom¹⁵. Penggunaan asam nitrat, hidrogen peroksida, dan panas adalah kondisi oksidasi yang paling poten karena dapat melarutkan hampir semua logam dalam semua senyawa organik¹⁶.

Perbandingan antara berat sampel dan volume asam serta ukuran

mesh sampel yang sesuai merupakan faktor yang penting, terutama pada analisis matriks yang kompleks. Pembasahan (*wetting*) yang tidak cukup dapat menyebabkan hasil yang tidak kuantitatif. Penggunaan tekanan tinggi dan pemanasan dengan *microwave* dapat meningkatkan kecepatan dekomposisi sampel dan lepasnya analit secara signifikan¹⁷.

Pada umumnya, preparasi sampel dengan cara destruksi basah lebih disukai daripada destruksi kering. Hal ini disebabkan karena adanya beberapa unsur logam yang mudah menguap¹⁵. Hasil destruksi yang diperoleh berupa larutan jernih berwarna kuning. Larutan hasil destruksi ini kemudian ditambahkan dengan HNO₃ 0,1 N dalam labu ukur 25 ml hingga tanda batas kemudian di saring menggunakan *syringe filter* 0,45µm ke dalam wadah botol dan diberi label.

Kurva kalibrasi merupakan perhitungan empiris yang menghubungkan respon alat terhadap konsentrasi dari analit tertentu. Absorbansi yang dihasilkan akan memiliki hubungan linear dengan konsentrasi analit yang diukur, sesuai dengan hukum Lambert-Beer. Pada metode kurva kalibrasi, serangkaian larutan standar diukur dan diplot menjadi sebuah kurva kalibrasi berdasarkan perhitungan matematis tertentu. Standar tersebut biasanya dilarutkan terlebih dahulu dalam larutan yang sesuai. Kurva kalibrasi yang dihasilkan kemudian digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel berdasarkan serapan yang dihasilkan oleh sampel melalui persamaan garis kurva kalibrasi¹⁸.

Pembuatan kurva kalibrasi terlebih dahulu diawali dengan membuat seri pengenceran larutan standar timbal. Untuk mendapatkan konsentrasi yang diinginkan, dilakukan pengenceran dari larutan induk timbal dengan teliti dan hati-hati agar terhindar dari kesalahan yang dapat menyebabkan konsentrasi larutan

standar tidak sesuai dengan yang diinginkan¹².

Pembuatan kurva kalibrasi diawali dengan pengenceran larutan induk timbal 1000 ppm yang kemudian dibuat larutan timbal dengan konsentrasi 100 ppm. Dari konsentrasi 100 ppm tersebut, dibuat larutan timbal dengan konsentrasi 10 ppm. Dari konsentrasi 10 ppm tersebut, dibuat larutan standar dengan 7 variasi konsentrasi, yaitu 0,1 ppm; 0,3 ppm; 0,5 ppm; 0,7 ppm; 0,9 ppm; 1,1 ppm; dan 1,3 ppm. Konsentrasi ini dipilih agar hasil serapan dapat mencakup hasil serapan sampel yang akan dianalisis. Larutan standar timbal selanjutnya diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm. Hasil dari pengukuran absorbansi standar timbal dapat dilihat pada tabel 1 dengan persamaan garis linear untuk standar timbal yaitu $y = 0,0355x + 0,0011$ dengan koefisien korelasi (r) = 0,9983.

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 berbeda¹⁹. Metode analisis yang digunakan dalam penelitian ini perlu divalidasi untuk membuktikan bahwa hasil analisis yang diperoleh pada penelitian ini merupakan hasil yang benar dan dapat dipercaya. Beberapa parameter validasi yang dilakukan antara lain adalah uji linearitas, uji batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ) serta uji presisi.

Uji linearitas dilakukan dengan menghitung faktor-faktor kelinearan garis, sebagai parameter adanya hubungan linear digunakan koefisien korelasi r pada analisis regresi linear $y = a + bx$. Hubungan linear yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis¹⁹.

Hasil pengukuran standar timbal, didapatkan persamaan garis

linear yaitu $y = 0,0355x + 0,0011$ dengan koefisien korelasi (r) adalah 0,9983. Apabila dihubungkan dengan syarat parameter adanya hubungan linear yang ideal, uji linearitas telah memenuhi persyaratan. Data selengkapnya dapat dilihat di tabel 1 dan gambar 1 diatas.

Uji batas deteksi suatu metode berbeda-beda tergantung pada metode analisis itu menggunakan instrumen atau tidak. Pada analisis yang tidak menggunakan instrumen batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat. Pada analisis instrumen batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blanko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku respon blanko. Simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual¹⁹.

Penentuan batas deteksi (LoD) dan batas kuantitasi (LoQ) diperoleh dengan melakukan pengukuran absorbansi larutan standar secara berulang sebanyak 7 kali. Hasil dari LoD dan LoQ dapat dilihat pada tabel 2 diatas. Dari hasil perhitungan, diperoleh batas deteksi 0,0009 ppm dan batas kuantitasi 0,0036 ppm. Dengan demikian, persyaratan uji LoD dan LoQ terpenuhi karena pada setiap konsentrasi pengukuran, respon yang diberikan masih signifikan dan memberikan hasil yang tergolong cermat dan seksama.

Uji presisi atau keseksamaan diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif (koefisien variasi). Keseksamaan dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang¹⁹.

Proses pengujian presisi ini dilakukan sama seperti proses preparasi sampel hingga diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom. Dengan demikian, dapat dilihat apakah metode yang digunakan

untuk menganalisis kandungan logam timbal dalam kerang darah dan kerang patah ini dapat memberikan keseksamaan atau presisi yang baik atau tidak. Uji presisi logam timbal dilakukan dengan cara menambahkan larutan standar timbal konsentrasi 0,7 ppm ke dalam sampel. Setelah itu diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom sebanyak 6 kali pengulangan. Hasil uji presisi dari suatu metode dikatakan valid apabila metode memberikan nilai koefisien variasi (KV) $\leq 2\%$ ¹⁹. Hasil dari uji presisi dapat dilihat pada tabel 4.3. diatas. Dari hasil perhitungan, hasil uji presisi timbal diatas untuk setiap sampel memenuhi konsentrasi persyaratan keseksamaan karena kurang dari 2%.

Metode adisi adalah apabila gangguan dari unsur lain pada matriks tidak dapat dihindarkan maka metode adisi standar ini dapat digunakan. Metode ini dapat dipakai dengan syarat kurva kalibrasi merupakan garis lurus melalui pusat ¹⁹. Pembuatan sampel adisi dilakukan dengan memipet 1 ml sampel lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 10 ml. Selanjutnya menambahkan standar larutan timbal 0,1 ppm; 0,3 ppm; 0,5 ppm; 0,7 ppm; 0,9 ppm; 1,1 ppm; 1,3 ppm ke dalam labu ukur untuk masing-masing sampel. Setelah itu menambahkan HNO₃ 0,1 N hingga tanda batas pada masing-masing labu ukur dan kocok hingga homogen. Sampel adisi diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

Selanjutnya pemeriksaan kadar timbal dalam sampel dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom dengan *hollow cathode lamp* yang sesuai dengan jenis logam yang dianalisis yaitu logam timbal. Sampel diukur serapannya pada panjang gelombang yang spesifik dan kondisi pengukuran yang optimum untuk masing-masing logam, sesuai ketentuan yang telah ditetapkan untuk alat ¹².

Serapan hasil pengukuran dengan spektrofotometer serapan atom

dimasukkan ke persamaan kurva baku kalibrasi sehingga diperoleh kadar logam dalam satuan ppm. Kadar yang diperoleh ini kemudian dikonversi ke dalam satuan $\mu\text{g/g}$ sehingga diperoleh kadar logam dalam sampel (bobot kering). Dengan memperhitungkan susut pengeringan, maka dapat dihitung kadar logam dalam sampel dengan satuan $\mu\text{g/g}$ bobot basah sehingga dapat dibandingkan hasilnya dengan kadar batas cemaran yang diizinkan ¹².

Pengukuran sampel dilakukan dengan tiga kali pembacaan pada setiap sampelnya. Selanjutnya, hasil yang diperoleh yaitu rata-rata dari hasil pengukuran setiap sampel. Selanjutnya dibuat kurva untuk dapat melihat perbedaan nilai kadar timbal dari masing-masing sampel, data disajikan dengan bentuk diagram batang.

Berdasarkan hasil yang diperoleh ditemukan cemaran logam berat timbal dalam sampel yang dianalisis, yaitu kerang darah dan kerang patah yang diperoleh dari penjual kerang di Muara Angke. Kandungan cemaran logam berat timbal dalam kerang darah adalah 1,1267; 0,0939; 0,4692 $\mu\text{g/g}$ bobot basah, sedangkan pada kerang patah adalah 0,8450; 0,4883; 0,7323 $\mu\text{g/g}$ bobot basah.

Batas cemaran timbal yang diijinkan pada kekerangan oleh Badan Standarisasi Nasional adalah 1,5 $\mu\text{g/g}$. Berdasarkan peraturan yang ditetapkan oleh Badan Standar Nasional 2009, kadar timbal pada kedua sampel belum melewati batas aman yang ditentukan oleh BSN 2009.

KESIMPULAN

1. Dari hasil analisa timbal (Pb) dalam kerang di Muara Angke menggunakan SSA ditemukan cemaran logam berat timbal dalam sampel yang dianalisis, yaitu kerang darah dan kerang patah yang diperoleh dari penjual kerang di Muara Angke.

Kandungan cemaran logam berat timbal dalam kerang darah adalah 1,1267; 0,0939; 0,4692 µg/g bobot basah, sedangkan pada kerang patah adalah 0,8450; 0,4883; 0,7323 µg/g bobot basah.

2. Berdasarkan peraturan yang ditetapkan oleh Badan Standarisasi Nasional 2009, kadar timbal pada kedua sampel belum melewati batas aman yang ditentukan oleh BSN 2009 untuk jenis kekerangan yaitu 1,5 µg/g.

SARAN

1. Meskipun kadar logam berat timbal dalam kerang dikatakan aman, namun harus tetap dilakukan pengawasan agar tidak terjadi pencemaran logam berat terhadap lingkungan.
2. Dilakukan monitoring terus menerus terhadap berbagai macam produk makanan laut dan olahan ikan yang berada di daerah yang mengalami pencemaran.
3. Perlu dilakukannya penelitian lebih lanjut mengenai sumber cemaran logam berat timbal serta jenis logam-logam berat berbahaya lainnya.
4. Perlu dilakukannya penelitian lebih lanjut terhadap kandungan timbal serta jenis logam-logam berat berbahaya lainnya pada berbagai macam produk makanan laut dan olahan ikan.

DAFTAR PUSTAKA

1. Rumanta, Maman. (2005). "Kandungan Timbal Crustacea di Muara Angke di Sekitar Teluk Jakarta". *Jurnal Matematika, Sains, dan Teknologi*. Vol 6(2): 71-79.
2. Ridwan, Andreas Josef. (2011). *Skripsi Analisis Logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada Ikan Teri Kering (Stolephorus spp.) dan Ikan Asin Tenggiri (Scomberomorus sp.) di Muara Angke dengan Spektrofotometer Serapan Atom*.
3. Dinis, M. dan F. Antonio. (2011). *Explosure Assesmet to Heavy Metals In the Environment: Measures To Eliminate or Reduce the Explosure To Critical Receptors*.
4. Sandro, Satria Rio, dkk. 2013. *Analisa Kandungan Kadar Logam Berat Pada Daging Kepiting (Scylla serrata) di Perairan Muara Sungai Banyuasin*. *Fishtech*. Vol 2(1): 46-52.
5. Emawati, Emma, dkk. (2015). *Analisis Timbal dalam Kerang Hijau, Kerang Bulu, dan Sedimen di Teluk Jakarta*. *IJPST*. Vol 2(3): 105-111.
6. Fernanda, Lidya. (2012). *Skripsi Studi Kandungan Logam Berat Timbal (Pb), Nikel (Ni), Kromium (Cr) dan Kadmium (Cd) Pada Kerang Hijau (Perna viridis) dan Sifat Fraksionasinya Pada Sedimen Laut*.
7. Hutagalung, H. P. (1991). *Pencemaran Laut Oleh Logam Berat dalam Status Pencemaran Laut di Indonesia dan Teknik Pemantauannya*. Jakarta : P3O LIPI.
8. Connell, D. W. dan G. J. Miller. (1995). *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*. Jakarta : UI Press.
9. Sulistia, Gun. (1980). *Farmakologi dan Terapi, Ed. 2*. Jakarta : Bagian Farmakologi Fak. Kedokteran Universitas Indonesia.
10. JEFCA. (2010). *Joint FAO/WHO Expert Committee On Food Additives : Seventh-third meeting*.
11. Badan Standarisasi Nasional. (2009). SNI 7378:2009. *Batas Maksimum Cemaran Logam Berat Dalam Pangan*. Jakarta : BSN.
12. Vera. (2011). *Analisis Logam Timbal (Pb), Timah (Sn), dan*

- Kadmium (Cd) dalam Buah Lengkeng Kemasan Kaleng Secara Spektrofotometri Serapan Atom.*
13. Milestone Cookbook Digestion: tomatoes HPR-FO-19. (2005). Itali : Milestone Srl.
 14. Milestone. (2002). *Microwave Digestion System*.
 15. Raimon. (1993). *Perbandingan Metoda Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Pros. Lok. Nas. Spektrofotometri Serapan Atom, 79-87.
 16. Twyman, R. M. (2005). Sample dissolution for elemental analysis: Wet digestion. Dalam : P. Worsfold, A. Townshend dan C. Poole (Eds). *Encyclopedia of Analytical Science* (Ed. Ke-2, vol 8, halaman 146-153). London : Elsevier Science.
 17. Balcerzak, M. (2001). Sample digestion method for the determination of trace of precious metals by spectrometric techniques. *Analytical Sciences*, 18, 737-750.
 18. Stone, D. dan J. Ellis. (2008). *Calibration and Linear Regression Analysis: A Self-Guided Tutorial*. 7 Juni 2017.
 19. Harmita. (2004). *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol 1(3): 117-135.