

KAJIAN KANDUNGAN LOGAM BERAT KADMIUM (Cd), KROMIUM (Cr) DAN MERKURI (Hg) PADA SEDIMEN DI SUNGAI WAY KUALA LAMPUNG SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

Diky Hidayat¹, M. Daus¹

¹Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung
Jl. Sumantri Brodjonegoro No. 1 Bandar Lampung 35145

diky.hidayat@fmipa.unila.ac.id

Artikel Info

Diterima
tanggal
12.12.2018

Disetujui
publikasi
tanggal
30.04.2019

Kata kunci : Cd,
Cr, Hg, logam
berat, sedimen,
dan Sungai Way
Kuala Lampung

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang kajian logam berat kadmium (Cd), kromium (Cr) dan merkuri (Hg) pada sedimen di Sungai Way Kuala Lampung. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar dan membandingkan tingkat pencemaran logam berat. Pengambilan sampel dilakukan pada 3 lokasi yaitu bagian hulu, tengah dan hilir dan ditentukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan menggunakan validasi metode yaitu linearitas, LoD, LoQ, presisi dan akurasi. Hasil analisis menunjukkan konsentrasi logam Cd pada rentang 17,392-40,696 ppm. Sedangkan konsentrasi logam Cr pada rentang 20,235-44,597 ppm. Konsentrasi logam Hg diperoleh pada rentang 1,408-1,933 ppm. Konsentrasi logam Cd dan Hg berada diatas ambang baku mutu yang ditetapkan oleh *National Sediment Quality Survey* (USEPA) tahun 2004 yaitu berada pada rentang 0,65-2,49 ppm (Cd) dan 0,23-0,87 ppm (Hg). Konsentrasi logam Cr berada dibawah baku mutu yang ditetapkan oleh *National Sediment Quality Survey* (USEPA) tahun 2004 yaitu berada pada rentang 76,00-233,27 ppm. Validasi metode menunjukkan nilai koefisien korelasi pada Cd dan Cr yaitu 1 dan Hg yaitu 0,9981. Nilai LoD logam Cd, Cr dan Hg yaitu 0,8035; 0,2157; 2,7235; LoQ ketiga logam yaitu 2,6785; 0,7190; 9,0783. Nilai RSD untuk ketiga logam berada pada rentang 0,258% - 4,086%. Akurasi untuk ketiga logam berada pada rentang 90-100%.

ABSTRACT

Study on cadmium (Cd), chromium (Cr) and mercury (Hg) in sediments of Way Kuala River Lampung has been conducted. The study aimed to determine the level of contamination from those heavy metal pollution. Sampling was carried out in 3 locations, it was the upstream, middle and downstream of the river and determined it using Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). The method validation for the AAS was including the linearity, LoD, LoQ, precision and accuracy. The results show that Cd concentrations were in ranged of 17.392-40.696 ppm, while the Cr were in the ranged of 20.235-44.597 ppm, the Hg were in ranged of 1.408-1.933 ppm, the Cd and Hg are above the threshold of quality standards based on the National Sediment Quality Survey (USEPA) in 2004, which are in the range of 0.65-2.49 ppm (Cd) and 0.23-0.87 ppm (Hg). The concentration of Cr is below the standard quality threshold based on the National Sediment Quality Survey (USEPA) in 2004, which is in the range of 76.00-233.27 ppm. The validation methods showed the correlation coefficient of calibration curve in Cd and Cr, is 1 but 0.9981 in Hg. The LoD value for Cd, Cr, and Hg are 0.8035; 0.2157; 2.7235 respectively; whereas the LoQ value of Cd, Cr, and Hg are 2.6785; 0.7190; 9.0783 respectively. The precision which is stated as %RSD for three metals are in the range of 0.258%-4.086%. The accuracy of the method which is stated as % recovery for three metals are in the range of 90-100%.

PENDAHULUAN

Kota Bandar Lampung memiliki sungai-sungai yang dikelilingi oleh 23 sungai-sungai kecil yang merupakan daerah aliran sungai (DAS) , diantaranya Sungai (1) Way Kuripan, Way Kupang, Way Kunyit dan Way Bakung sebagai zona drainase Tanjungkarang; (2) Sungai Way Kemiling, Way Pemanggilan, Way Langkapura, Way Kedaton, Way Balau, Way Halim, Way Durian Payung, Way Simpur, Way Awi, Way Penengahan dan Way Kedamaian sebagai zona drainase Teluk Betung; (3) Sungai Way Lunik Kanan dan Way Lunik Kiri, Way Pidada, Way Galih Panjang dan Srengsem sebagai bagian dari zona drainase Panjang; (4) Sungai Way Kandis 1, Way Kandis 2, Way Kandis 3 merupakan bagian dari zona drainase Kandis ((Hidayat, dkk., 2012)

Berdasarkan identifikasi yang dilakukan oleh Wardhana (2004), daerah aliran sungai (DAS) Way Kuala merupakan daerah yang paling banyak dikelilingi oleh sektor industri, setidaknya terdapat 22 macam industri. Beberapa jenis industri di sekitar sungai Way Kuala adalah industri konstruksi (PT Darma Putra Konstruksi, PT Jaya Persada Konstruksi, PT Husada Baja), industri kimia (PT Golden Sari, PT Garuntang), industri pergudangan dan peti kemas (PT Inti Sentosa Alam Bahtera), dan PT Gudang Garam. DAS Way Kuala juga merupakan daerah pemukiman padat penduduk yang menghasilkan limbah industri, rumah tangga dan domestik. Limbah-limbah tersebut dapat mengandung logam yang berbahaya bagi kesehatan manusia contohnya kadium, kromium dan merkuri, ketiga logam ini dipilih karena memiliki toksisitasnya yang tinggi (ATDSR, 2008), sehingga harus dilakukan analisis dengan spektrofotometri serapan atom untuk mengetahui tingkat pencemarannya.

Pada penelitian ini dilakukan penentuan konsentrasi logam berat Cd, Cr, dan Hg karena dampak yang ditimbulkan dari ketiga logam tersebut sangat besar terhadap tubuh manusia. Terakumulasinya kromium dalam jumlah besar di tubuh manusia memiliki dampak negatif terhadap organ hati, ginjal serta bersifat racun bagi protoplasma makhluk hidup. Selain itu juga bersifat karsinogen (penyebab kanker), teratogen (menghambat pertumbuhan janin) dan mutagen (Schiavon dkk, 2008). Keracunan Hg yang akut dapat menyebabkan terjadinya kerusakan saluran pencernaan, gangguan kardiova sculer, kegagalan ginjal akut maupun *shock*. Pada lingkungan perairan ada tiga media yang dapat digunakan sebagai indikator pencemaran logam berat yaitu air, sedimen, dan organisme hidup yang dianggap tinggal menetap di wilayah

tersebut. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan pengambilan sampel sedimen untuk menentukan kandungan logam berat Cd, Cr, dan Hg dari tiga lokasi penelitian.

METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom, neraca analitik, *eckman grab* Wildco Supply Company, wadah sampel, kertas saring, pH meter, mortar dan alu, ayakan, oven, spidol permanen dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium. Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel sedimen, HNO₃ pekat, larutan H₂SO₄, larutan HClO₄, larutan standar Hg, larutan standar Cd, larutan standar Cr, dan akuades.

Prosedur

Pembuatan Larutan HNO₃ 5%, Standar Cd, Cr, dan Hg 1000 ppm

HNO₃ 68% diambil sebanyak 72,46 mL lalu diencerkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang telah dimasukkan sebelumnya sedikit akuades kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan. Cd(NO₃)₂ ditimbang sebanyak 0,21 gram lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, akuades ditambahkan pada labu ukur hingga tanda batas kemudian dihomogenkan. K₂Cr₂O₇ ditimbang sebanyak 0,565 gram lalu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, akuades ditambahkan pada labu ukur hingga tanda batas kemudian dihomogenkan. Hg(NO₃) ditimbang sebanyak 0,16 gram dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, akuades ditambahkan pada labu ukur hingga tanda batas kemudian dihomogenkan.

Preparasi Sampel Kadar Logam Cd, Cr dan Hg

Sedimen basah dijemur di bawah sinar matahari kemudian dioven selama 24 jam pada suhu 100°C setelah kering lalu sedimen halus kemudian digerus dan diayak. Sampel yang telah halus ditimbang sebanyak 10 gram dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 20 mL larutan HNO₃ pekat, didestruksi selama 3 jam sampai larutan jernih.

Untuk preparasi logam Hg, sedimen yang telah dijemur dioven selama 24 jam dengan suhu 60°C setelah kering lalu sedimen halus kemudian digerus dan diayak. Sampel yang telah halus ditimbang sebanyak 1 gram lalu dimasukkan dalam erlenmeyer dan ditambahkan 4 mL HNO₃ dan HClO₄ (perbandingan 1:1). Selanjutnya ditambahkan 10 mL H₂SO₄ dan 2 mL akuades dan didestruksi selama 20 menit. Setelah semuanya didestruksi untuk logam Cd, Cr dan Hg, hasil

destruksi kemudian didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring Whatman no.41. Sisa sedimen yang terdapat pada kertas saring dicuci dengan akuades hingga pH 2-3. Filtrat yang dihasilkan kemudian diukur dengan SSA.

Kurva Kalibrasi Cd, Cr dan Hg

Larutan standar kadmium 1000 ppm dipipet sebanyak 1 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu larutan diencerkan dengan ditambahkan akuades ke dalam labu ukur sampai tanda batas, kemudian larutan dihomogenkan. Hasilnya adalah larutan dengan konsentrasi 10 ppm, selanjutnya dipipet sebanyak 0,1 mL, 0,5 mL, 1 mL, 1,5 mL, dan 2,0 mL. Kemudian masing-masing larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan ditambahkan akuades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 1 ; 2 ; 5 ; 10 dan 20 ppm. Larutan-larutan standar kadmium tersebut diukur serapannya menggunakan spektrofotometer serapan atom.

Larutan standar kromium 1000 ppm dipipet sebanyak 1 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu larutan diencerkan dengan ditambahkan akuades ke dalam labu ukur sampai tanda batas, kemudian larutan dihomogenkan. Hasilnya adalah larutan dengan konsentrasi 10 ppm, selanjutnya dipipet sebanyak 0,1 mL, 0,5 mL, 1 mL, 1,5 mL, dan 2,0 mL, kemudian masing-masing larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan ditambahkan akuades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 2,5 ; 5 ; 10 ; 15 dan 20 ppm. Larutan-larutan standar tersebut diukur serapannya menggunakan spektrofotometri serapan atom.

Larutan standar merkuri 1000 ppm dipipet sebanyak 1 mL kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu larutan diencerkan dengan ditambahkan akuades ke dalam labu ukur sampai tanda batas, kemudian larutan dihomogenkan. Hasilnya adalah larutan dengan konsentrasi 10 ppm, selanjutnya dipipet sebanyak 5 mL, 7 mL, 10 mL, 12 mL, dan 15 mL, kemudian masing-masing larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan ditambahkan akuades sampai tanda batas kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh larutan dengan konsentrasi 2,5 ; 5 ; 10 ; 15 dan 20 ppm. Larutan-larutan standar merkuri tersebut diukur serapannya menggunakan spektrofotometri serapan atom.

Validasi Metode

Penelitian ini menggunakan 4 validasi metode diantaranya limit deteksi dan limit kuantitasi, presisi (ketelitian), akurasi (ketepatan) dan linieritas.

Linieritas

Uji ini dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar dari masing-masing logam dengan lima macam konsentrasi yaitu untuk standar Cd yaitu 1 ; 2 ; 5 ; 10 dan 20 ppm dan Cr dan Hg yaitu 2,5 ; 5 ; 10 ; 15 dan 20 ppm. Nilai absorbansi kemudian diproses dengan metode kuadrat terkecil untuk selanjutnya dapat ditentukan nilai kemiringan (*slope*), intersep dan koefisien korelasinya.

Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ)

Penentuan nilai LoD dan LoQ untuk logam Cd, Cr dan Hg diperoleh dengan mengukur respon blanko sebanyak 4 kali pengulangan yang selanjutnya hasil pengukuran diproses dengan metode perhitungan persamaan kurva kalibrasi secara statistik. Nilai LoD dan LoQ selanjutnya dihitung dengan persamaan :

$$\text{LoD} = \frac{3 \times SB}{SI} \qquad \text{LoQ} = \frac{10 \times SB}{SI}$$

Presisi

Penentuan presisi dilakukan dengan mengukur konsentrasi sampel dengan 4 kali pengulangan. Nilai absorbansi yang diperoleh dari hasil analisis tersebut kemudian ditentukan nilai konsentrasi (kurva kalibrasi), lalu nilai simpangan baku (SD) serta nilai relatif standar deviasi (RSD). Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) <5 %.

Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan penambahan larutan standar ke dalam larutan sampel. Akurasi dinyatakan sebagai persen peroleh kembali (*recovery*) larutan standar yang ditambahkan (biasanya 80% sampai 120% dari kadar analit yang diperkirakan). % *Recovery* dapat diitung dengan persamaan :

$$\text{Persen Recovery} = \frac{C_F - C_A}{C_A^*} \times 100\%$$

Uji Perolehan kembali Cd

Sebanyak 0,1 mL larutan standar Cd 100 ppm ditambahkan ke dalam labu ukur 50 mL yang berisi larutan sampel, dihomogenkan dengan menggunakan *stirrer*, kemudian ditentukan serapannya.

Uji Perolehan kembali Cr

Sebanyak 0,1 mL larutan standar Cr 100 ppm ditambahkan ke dalam labu ukur 50 mL yang berisi larutan sampel, dihomogenkan dengan menggunakan *stirrer*, kemudian ditentukan serapannya.

Uji Perolehan kembali Hg

Sebanyak 0,1 mL larutan standar Hg 100 ppm ditambahkan ke dalam labu ukur 50 mL yang berisi larutan sampel, dihomogenkan dengan menggunakan *stirrer*, kemudian ditentukan serapannya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sebaran Logam Cd, Cr dan Hg

Sebaran logam tersebut didapat dengan menentukan konsentrasi dari masing-masing logam yang telah dianalisis dan didapatkan absorbansinya.

Tabel 1. Sebaran Logam

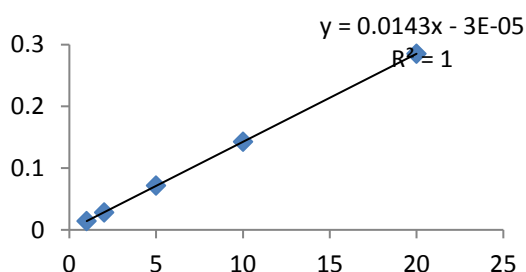
Logam	Konsentrasi (ppm)	Ambang Batas (USEPA 2014)	Keterangan
Cd	40,696	0,65-2,49	Tercemar
	23,248		
	17,392		
Cr	20,235	76,00-233,27	Belum Tercemar
	24,474		
	44,597		
Hg	1,408	0,23-0,87	Tercemar
	1,417		
	1,933		

Pada Tabel 1 menunjukkan konsentrasi logam Cd, Cr dan Hg pada 3 bagian yaitu hulu, tengah dan hilir. Bagian hulu dan hilir telah melewati ambang batas sedangkan bagian tengah belum melewati ambang batas yang telah ditetapkan oleh USEPA tahun 2014.

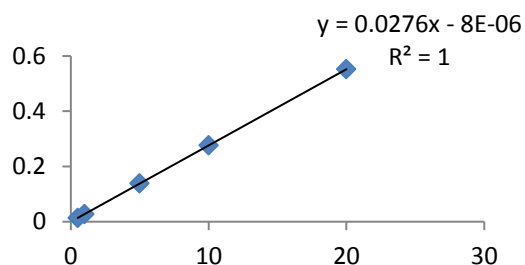
1. Validasi Metode

Linearitas

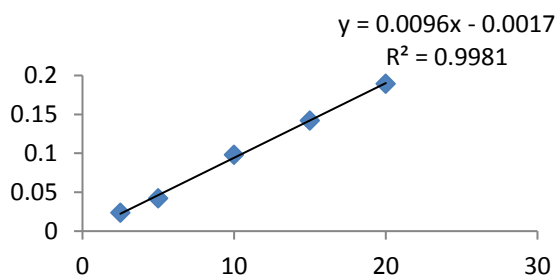
Kurva kalibrasi logam Cd, Cr dan Hg sebagai berikut :



Gambar1. Kurva Kalibrasi Logam Cd



Gambar 2. Kurva Kalibrasi Logam Cr



Gambar 3. Kurva Kalibrasi Logam Hg

Pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa nilai koefisien korelasi yang diperoleh dari kurva kalibrasi pada logam Cd, Cr adalah 1, sedangkan logam Hg adalah 0,9981. Menurut Riyanto (2014) berdasarkan ISO/IEC 1725, bahwa nilai koefisien korelasinya mendekati 1 atau sama dengan 1 maka dapat dikatakan metode ini dapat digunakan untuk menganalisis logam Cd, Cr dan Hg dengan hasil yang baik

Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantifikasi (LoQ)

Limit deteksi (LoD) merupakan jumlah terkecil dari suatu analit dalam sampel yang dapat dideteksi. Limit kuantifikasi (LoQ) merupakan konsentrasi atau jumlah terendah dari analit yang masih dapat ditentukan dan memenuhi kriteria akurasi dan presisi. Tabel 2 merupakan nilai LoD dan LoQ dari ketiga logam :

Tabel 2. Nilai LoD dan LoQ

Validasi	Cd	Cr	Hg
LoD	0,8035	0,2157	2,723
LoQ	2,6785	0,719	9,078

Berdasarkan Tabel 2 dapat disimpulkan bahwa nilai LoD untuk logam Cd dan Cr memenuhi standar LoD, sedangkan nilai LoD logam Hg tidak memenuhi standar karena nilai tersebut melebihi konsentrasi standar logam Hg.

Presisi

Nilai presisi mengartikan ketelitian maksimum untuk masing-masing konsentrasi logam berat Cd, Cr dan Hg. Tabel 3 merupakan nilai SD dan RSD logam Cd, Cr dan Hg

Tabel 3. Nilai SD dan RSD Logam Cd, Cr dan Hg

Logam	SD	RSD
Cd	0,105	0,257
	0,949	4,129
	0,201	1,154
Cr	0,442	2,186
	0,488	1,997
	0,299	0,671
Hg	0,016	1,111
	0,01	0,728
	0,009	0,445

Akurasi

Salah satu metode akurasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah persen *recovery*. Tabel 4 menunjukkan nilai % *Recovery* dari masing-masing logam.

Tabel 4. Nilai % *Recovery*

Logam	%Recovery
Cd	99,448
	98,474
	99,161
Cr	100,144
	99,855
	99,927
Hg	102,291
	101,875
	101,563

Nilai persen perolehan kembali pada masing-masing sampel untuk logam Cd , Cr dan Hg berada pada rentang 90-100%. Nilai persen perolehan kembali ini tergolong baik, karena nilai persen perolehan kembali yang baik adalah pada rentang 80-110 % (Riyanto, 2014).

KESIMPULAN

Hasil analisis menunjukkan konsentrasi logam Cd pada rentang 17,392-40,696 ppm. Sedangkan konsentrasi logam Cr pada rentang 20,235-44,597 ppm. Konsentrasi logam Hg diperoleh pada rentang 1,408-1,933 ppm. Konsentrasi logam Cd dan Hg berada diatas ambang baku mutu yang ditetapkan oleh *National Sediment Quality Survey* (USEPA) tahun 2004 yaitu berada pada rentang 0,65-2,49 ppm (Cd) dan 0,23-0,87 ppm (Hg). Konsentrasi logam Cr berada dibawah baku mutu yang ditetapkan oleh *National Sediment Quality Survey* (USEPA) tahun 2004 yaitu berada pada rentang 76,00-233,27 ppm. Validasi metode menunjukkan nilai koefisien korelasi pada Cd dan Cr yaitu 1 dan Hg yaitu 0,9981. Nilai LoD logam Cd, Cr dan Hg yaitu 0,8035; 0,2157; 2,7235; LoQ ketiga logam yaitu 2,6785; 0,7190; 9,0783. Nilai RSD untuk ketiga logam berada pada rentang 0,258% - 4,086%. Akurasi untuk ketiga logam berada pada rentang 90-100%.

DAFTAR PUSTAKA

- Agency for Toxic Substance and Disease Registry (ATSDR). 2008. *Toxicological Profile for Chromium*. U.S. Department of Health and Human Services. Atlanta.
- Hidayat, D., Novita, N. P. I. 2012. Sebaran Kandungan Logam Berat Cd pada Sedimen di Muara Sungai Way Kuala Bandar Lampung. *Jurnal Analit: Analytical and Environmental Chemistry*. Vol 7 No 1. Hal : 82-88.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi*. Deepublish. Yogyakarta.
- USEPA. 2004. *The Incidence and Severity of Sediment Contamination in Surface Waters of United States, National Sediment Quality Survey :2nd Edition*. EPA-823-R-04-2007. U. S. Enviromental Protection Agency. Washington D.C.
- Wardhana, W. 2004. *Dampak Pencemaran Lingkungan* (Edisi Revisi). Andi Offset. Yogyakarta.