



ANALISIS KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA AIR LAUT DAN IKAN BARONANG DI PERAIRAN PELABUHAN TENAU SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)

Sherly M. F. Ledoh^{1*}, Fidelis Nitti¹, Rosinta Tamu Ina¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Nusa Cendana, Kupang

* Corresponding author, email: sherlymfl@gmail.com

ABSTRACT

Research has been carried out on the analysis of lead (Pb) metal levels in sea water and rabbitfish in the waters of Tenau Harbor. This research aims to determine the levels of the heavy metal lead (Pb) in sea water and rabbitfish using dry digestion. The validation test results of the lead (Pb) content analysis method in seawater and rabbitfish meat using Atomic Absorption Spectrophotometer (SSA) with a wavelength of 283.3 nm can be classified in the accurate or valid category, which can be shown by the linear regression equation $y = 0.0218x - 0.0056$ with a value of $r = 0.9994$; LoD of 0.23 ppm; LoQ is 0.77 ppm. Accuracy obtained in concentration. Based on the results of the analysis, it shows that the level of the heavy metal lead (Pb) in sea water in the waters of Tenau Harbor is 0.030 mg/L, which has exceeded the quality standards set by Minister of Environment Decree No. 51 of 2004, the limit for lead (Pb) contamination in seawater is 0.005 mg/L. Meanwhile, the metal content of lead (Pb) contained in rabbitfish meat is 1.629 mg/kg, which exceeds the quality standards set by the Indonesian National Standard (SNI) No. 7387 2009, namely 0.3 mg/kg and is not suitable for consumption.

Keywords: Tenau Harbor Waters, Seawater, Baronang Fish, SSA, Lead.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang analisis kadar logam timbal (Pb) pada air laut dan ikan baronang di perairan Pelabuhan Tenau. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam berat timbal (Pb) pada air laut dan ikan baronang dengan destruksi kering. Hasil uji validasi metode analisis kadar timbal (Pb) pada air laut dan daging ikan baronang menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 283,3 nm dapat digolongkan dalam kategori teliti atau valid, dapat ditunjukkan dengan persamaan regresi linear $y = 0,0218x - 0,0056$ dengan nilai $r = 0,9994$; LoD sebesar 0,23 ppm; LoQ sebesar 0,77 ppm. Akurasi yang diperoleh pada konsentrasi Berdasarkan hasil analisis menunjukkan bahwa kadar logam berat timbal (Pb) pada air laut di perairan Pelabuhan Tenau sebesar 0,030 mg/L, sudah melebihi baku mutu yang telah ditetapkan oleh Kepmen LH No. 51 Tahun 2004 batas cemaran timbal (Pb) pada air laut sebesar 0,005 mg/L. Sedangkan kadar logam timbal (Pb) yang terdapat pada daging ikan baronang sebesar 1,629 mg/kg sudah melebihi baku mutu yang telah ditetapkan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) No. 7387 2009 yaitu 0,3 mg/kg dan sangat tidak layak dikonsumsi.

Kata Kunci: Perairan Pelabuhan Tenau, Air Laut, Ikan Baronang, SSA, Timbal.

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan Negara kepulauan dengan potensi kelautan yang besar untuk budidaya. Hasil laut yang diperoleh dari perairan laut di Indonesia memiliki manfaat yang sangat besar bagi kehidupan. Namun, berbagai aktivitas manusia seringkali dapat mengakibatkan pencemaran pada air laut yang berdampak ikut tercemarnya hasil laut. Beberapa contoh aktivitas manusia yang dapat mencemari laut diantaranya limbah industri, tumpahan minyak dari kapal-kapal, pengecatan kapal, aktivitas kendaraan bermotor yang masuk di Pelabuhan Tenau dan sebagainya. Sebagai

contoh tumpahan minyak dari kapal dan pengecatan kapal mengandung logam Pb (Rizkiana dkk., 2017). Selain itu, salah satu sumber Pb berasal dari aktivitas kendaraan bermotor yang masuk di Pelabuhan Tenau (Palar, 2012). Pencemaran ini menyebabkan kerusakan pada kualitas hasil laut yang dapat merugikan bagi kesehatan manusia.

Pelabuhan Tenau merupakan pelabuhan yang terdapat di Kecamatan Alak dengan banyak aktivitas manusia seperti tempat singgah kapal-kapal dan berbagai aktivitas nelayan. Banyaknya aktivitas di Pelabuhan Tenau menjadi sumber pencemaran air di tempat tersebut. Menurut hasil penelitian Ika dan Said (2012), Pencemaran air berasal dari bahan bakar minyak yang digunakan oleh kapal-kapal yang umumnya mengandung logam Pb untuk meningkatkan mutu, sehingga limbah dari kapal tersebut dapat menyebabkan kadar Pb pada perairan menjadi tinggi. Logam berat Pb yang terkandung dalam bahan bakar sebagai anti pemecah minyak ini dilepaskan ke atmosfer melalui pembuangan asap atau terlarut ke dalam air melalui tumpahan minyak ketika pengisian bahan bakar dan pembersihan tangki minyak dari kapal. Di samping itu penggunaan cat pada kapal yang mengandung logam Pb menghasilkan limbah yang secara langsung akan dibuang ke laut sehingga dalam kurun waktu yang lama akan terjadi pencemaran logam Pb (Hakim, 2016).

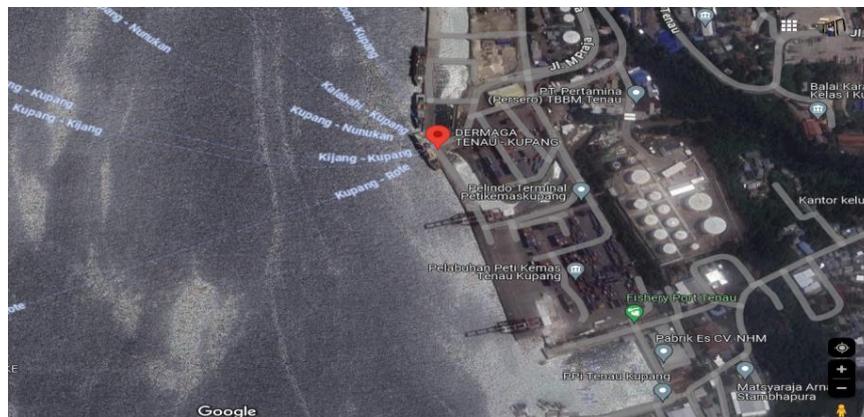
Timbal merupakan salah satu logam berat yang dapat masuk mencemari perairan pesisir laut dan memberikan efek toksik bagi tubuh (Setyaningrum dkk., 2018). Sumber pencemaran timbal pada perairan dapat berasal dari buangan sejumlah industri seperti industri industri kimia, industri percetakan, dan industri yang memproduksi logam dan cat (Putra dkk., 2016). Selain itu, sumber pencemaran timbal juga berasal dari bahan bakar kendaraan dan sampah plastik yang mengandung timbal (Sukaryono, 2018). Pada penelitian yang dilakukan di kawasan pesisir Belawan Kota Medan ditemukan kandungan logam berat Pb yaitu sebesar rerata Pb di Kecamatan Medan Labuhan dan Medan Belawan adalah 0,052 mg/L. Kondisi ini menunjukkan bahwa pencemaran Pb sangat mengkhawatirkan karena jauh berada diatas baku mutu air laut berdasarkan Kepmen LH No. 51 Tahun 2004 yaitu 0,005 mg/L (Indirawati, 2017).

Penelitian tentang analisis logam timbal (Pb) pada ikan baronang telah banyak dilakukan di lokasi yang berbeda. Sebagai contoh hasil penelitian yang dilakukan oleh Mardani, dkk (2018) tentang Kandungan Logam Berat Pb pada Ikan Belanak dan Ikan Baronang di Pelabuhan Bena menunjukkan bahwa kandungan logam berat timbal (Pb) pada ikan belanak berkisar 0,1684 - 4,998 mg/kg dan ikan baronang berkisar antara 0,1652 – 0,3977 mg/kg. Kandungan logam berat Pb pada ikan belanak dan ikan baronang sudah melebihi ambang batas cemaran logam yang ditetapkan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) yaitu 0,3 mg/kg.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Gambaran Umum Lokasi Penelitian

Pelabuhan Tenau terletak di Kecamatan Alak, Kabupaten Kota Kupang. Pelabuhan Tenau merupakan salah satu pelabuhan internasional dan juga berfungsi sebagai pelabuhan penumpang dan barang. Pada pelabuhan ini banyak kegiatan manusia seperti aktivitas kapal peti kemas untuk bongkar muat barang, aktivitas kapal penumpang, aktivitas kapal kayu yang keluar masuk pelabuhan setiap hari yang menuju pulau Semau, aktivitas kendaraan roda dua dan roda empat yang keluar masuk pelabuhan dan juga terjadinya pergantian bahan minyak oleh kapal-kapal. Di sekitar Pelabuhan Tenau terdapat Pelabuhan Perikanan Tenau yang menjadi tempat bagi nelayan untuk mencari ikan. Dengan banyaknya aktivitas yang terjadi diduga menjadi salah satu penyebab perairan di sekitar Pelabuhan Tenau rentan terhadap pencemaran logam berat timbal (Pb) yang dapat mempengaruhi kelangsungan biota laut terutama ikan baronang.



Gambar 1. Peta Lokasi Penelitian (*Sumber* : Google earth)

Sampel air laut dan ikan baronang di ambil di sekitar perairan Pelabuhan Tenau. Sampel air laut diambil langsung dilapangan dan dimasukkan ke dalam botol yang telah disterilkan dan telah dibilas dengan air laut yang akan diambil. Sampel ikan baronang diperoleh dengan cara membeli hasil tangkapan yang baru ditangkap oleh nelayan di sekitar perairan Pelabuhan Tenau. Berdasarkan wawancara yang dilakukan dengan beberapa nelayan, ikan baronang ditangkap dengan menggunakan senar yang diikat pada kail dan juga ikan baronang banyak ditemukan di sekitar dermaga. Sampel ikan yang didapat kemudian dimasukkan ke dalam *cool box* yang berisi es batu untuk mempertahankan kesegaran ikan dan mencegah terjadinya kontaminasi dari luar, kemudian sampel dibawa ke laboratorium untuk uji kandungan logam timbal (Pb).

Preparasi Sampel

Daging yang diperoleh dihaluskan menggunakan blender hingga menjadi partikel kecil untuk mempermudah proses destruksi. Sampel yang sudah halus kemudian disimpan di cawan porselen yang bersih dan tertutup. Botol yang berisi sampel air laut kemudian dimasukkan ke dalam *cool box* yang berisi es batu agar tidak terjadi perubahan secara biologis dan kimiawi, selanjutnya ditutup rapat.



Gambar 2. Hasil preparasi sampel ikan baronang

Destruksi

Destruksi Sampel Air Laut

Destruksi merupakan salah satu proses pemutusan ikatan organologam menjadi ion anorganik. Proses destruksi pada sampel air laut menggunakan alat gelas kimia 100 mL dan penutupnya menggunakan kaca arloji, karena dapat meminimalkan letupan-letupan yang terjadi pada proses pemanasan dan menahan kehilangan senyawa atau unsur akibat penguapan saat proses destruksi berlangsung. Unsur-unsur logam dalam sampel dapat dilepas ikatannya dengan cara destruksi menggunakan HNO_3 pekat.

Dalam penelitian proses destruksi digunakan HNO_3 pekat sebanyak 5 mL, hal ini dikarenakan dalam keadaan panas asam ini berperan sebagai oksidator yang kuat dan dapat melarutkan hampir semua logam dan dapat mencegah pengendapan unsur. Dengan pemanasan hingga mendidih, proses destruksi akan lebih cepat berlangsung. Pemanasan dilakukan hingga volume sampel larutan menjadi 25 mL dan sampai endapan dari sampel menjadi jernih. Destruksi yang sempurna ditandai dengan diperolehnya larutan jernih pada larutan destruksi yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik.

Larutan hasil yang diperoleh kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL sambil disaring dan ditambahkan dengan aquades sampai tanda batas. Sampel disaring tujuannya untuk memisahkan residu yang masih terdapat dalam larutan. Selanjutnya ditentukan nilai absorbansi dan konsentrasi sampel menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA) dengan panjang gelombang 283,3 nm untuk logam timbal (Pb).

Destruksi Sampel Daging Ikan

Destruksi sampel dengan metode destruksi kering ini dilakukan untuk memutuskan ikatan antara senyawa organik dengan logam yang dianalisis. Sampel yang telah ditimbang akan dipanaskan di dalam oven hingga kering dengan tujuan untuk menghilangkan kadar air dalam sampel. Selanjutnya sampel diabukan dalam tanur dengan suhu 450°C dengan tujuan untuk menghilangkan senyawa organik yang terkandung dalam sampel dan menyisakan senyawa anorganik yang kemudian akan digunakan untuk analisis kadar logam timbal (Pb). Pengabuan

dilakukan selama 18 jam sampai terbentuk abu sempurna dan didinginkan pada desikator dengan tujuan untuk mempertahankan kelembaban dan membuat bahan tetap kering. Berikut gambar hasil destruksi sampel daging ikan baronang.

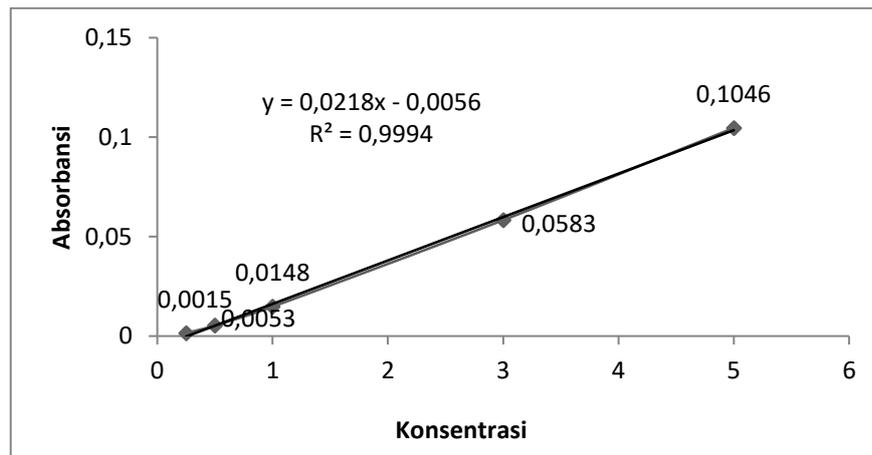


Gambar 3. Hasil destruksi sampel daging ikan baronang

Abu yang didapat kemudian dilarutkan dengan 5 mL HNO_3 pekat dan ditambahkan dengan aquades sampai tanda batas. Sampel disaring dengan tujuan untuk memisahkan residu yang masih terdapat dalam larutan. Penambahan HNO_3 dikarenakan tingkat keasamannya yang tinggi yang bersifat oksidator kuat yang dapat menghilangkan senyawa-senyawa organik yang ada dalam sampel sehingga diperoleh logam timbal (Pb). Selanjutnya ditentukan nilai absorbansi dan konsentrasi sampel menggunakan spektrofotometri serapan atom dengan panjang gelombang 283,3 nm untuk logam timbal (Pb).

Penentuan Linearitas Kurva Kalibrasi Timbal (Pb)

Kurva kalibrasi merupakan kurva yang menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorpsi (A) dengan konsentrasi (C) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui konsentrasinya. Penentuan linearitas kurva kalibrasi timbal (Pb) dengan spektrofotometri serapan atom diawali dengan pengenceran larutan induk timbal nitrat $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 1000 ppm menjadi 10 ppm. Kemudian, dibuat larutan standar timbal dengan konsentrasi yang berbeda-beda yaitu 0,25 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm, 3 ppm dan 5 ppm. Pembuatan larutan standar berfungsi sebagai rentang pembacaan kadar timbal (Pb) yang akan dianalisis dengan Spektrofotometri serapan atom (SSA), karena diasumsikan kadar yang terbaca pada SSA berada diantara 0,25-5 ppm. Apabila berada diluar rentang tersebut maka hasil tersebut memiliki nilai keakuratan yang rendah, hal ini berkaitan dengan *limit of detection* (LOD), atau batas terkecil instrumen spektrofotometri serapan atom (SSA) untuk menganalisis atau mengukur sejumlah analit. Berdasarkan hukum Lambert-Beer menyatakan bahwa absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi, yang mana jika konsentrasinya tinggi maka nilai absorbansinya juga tinggi, sebaliknya jika konsentrasinya rendah maka nilai absorbansinya juga rendah. Hubungan antara konsentrasi sebagai sumbu x dan absorbansi sebagai sumbu y dinyatakan dengan persamaan regresi linear $y = bx + a$.



Gambar 3. Kurva standar logam Pb

Berdasarkan kurva standar disajikan pada gambar 3 bahwa semakin besar konsentrasi maka absorbansinya semakin besar atau dapat dikatakan bahwa adanya hubungan yang linear antara konsentrasi dan serapan, dengan persamaan yang diperoleh adalah $y = 0,0218x - 0,0056$ dan nilai koefisien determinasi (R^2) adalah 0,9994 dimana nilai tersebut mendekati 1 yang menunjukkan bahwa analisis yang dilakukan termasuk kategori pengujian yang baik dan linier. Menurut Handayani dan Lestari (2018) korelasi ini telah memenuhi syarat yang ditentukan yaitu $\geq 0,997$. Hasil tersebut menunjukkan bahwa alat yang digunakan mempunyai respon yang baik terhadap sampel, sehingga persamaan regresi linear yang diperoleh dapat menghitung konsentrasi sampel air laut dan daging ikan baronang di perairan Pelabuhan Tenau.

Sensitivitas

Sensitivitas kurva standar Pb dapat dinyatakan dengan nilai *slope*. *Slope* merupakan nilai kemiringan dari grafik antara absorbansi terhadap konsentrasi. Pada kurva standar Pb didapatkan nilai *slope* sebesar 0,0218. Nilai ini artinya menunjukkan tiap satu satuan perubahan akan menghasilkan perubahan absorbansi sebesar 0,0218.

Penentuan Akurasi

Akurasi merupakan nilai kecermatan atau nilai kedekatan hasil analisis dengan dengan nilai sebenarnya yang telah ditentukan. Penentuan nilai akurasi dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui keakuratan suatu metode yang digunakan dalam analisis. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*). Berdasarkan SNI (2019), nilai % *recovery* dikatakan teliti apabila nilainya 85% - 115%. Pada penentuan akurasi timbal pada air laut dan daging ikan baronang ditemui adanya kesulitan saat uji konsentrasi rendah, yaitu 0,25 ppm dimana % *recovery* tidak memenuhi syarat yaitu 130,28%. Hal ini disebabkan karena konsentrasi 0,25 ppm sangat rendah, sehingga perbedaan serapan sedikit memberikan perbedaan hasil konsentrasi yang signifikan sedangkan pada konsentrasi 0,5 ppm – 5 ppm masuk rentang 85% - 115%.

Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas Kuantitas (LOQ)

LOD (Batas deteksi) merupakan konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang masih dideteksi dan memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan blanko (Setyawan, 2018). Pada konsentrasi terkecil yang berada pada LOD alat sangat terbatas dalam membedakan antara sinyal analit dengan *noise*. Nilai LOD yang didapatkan dari kurva standar timbal (Pb) adalah 0,23 ppm. Apabila kadar Pb yang terukur dalam sampel menunjukkan nilai yang lebih besar dari 0,23 ppm, maka dapat dipercaya bahwa sinyal tersebut berasal dari sinyal Pb. Akan tetapi bila konsentrasi timbal yang didapatkan dibawah 0,23 ppm, maka sinyal yang diperoleh bukanlah dari sinyal Pb, melainkan sinyal yang berasal dari pengganggu.

LOQ (Batas kuantitas) merupakan jumlah analit terkecil dalam sampel yang masih dapat ditentukan dalam hal ini LOQ menunjukkan batas rentangan kerja yang harus dicapai dalam suatu pengukuran. Nilai uji linearitas pada rentang 0,25 ppm hingga 5 ppm dan dalam kurva kalibrasi menunjukkan hasil yang linear. Nilai LOQ yang didapatkan pada pembuatan kurva standar timbal (Pb) adalah 0,77 ppm, yang menunjukkan bahwa alat memiliki akurasi yang tinggi karena konsentrasi larutan baku lebih besar dari nilai LOQ.

Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Air laut dan Ikan Baronang

Kadar Timbal pada Air Laut

Timbal adalah logam yang mendapat perhatian karena bersifat toksik melalui konsumsi makanan, minuman, udara dan air, serta debu yang tercemar timbal. Toksisitas timbal (Pb) biasa terjadi melalui jalur oral, lewat makanan, minuman, pernapasan, kontak lewat kulit dan kontak lewat parenteral (Fadhlan, 2016).

Kadar logam timbal (Pb) dalam sampel uji dengan 4 kali pengulangan untuk diketahui akurasi dari data yang diperoleh dengan spektrofotometri serapan atom. Berikut hasil perhitungan kandungan logam timbal (Pb) pada air laut yang dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 1. Hasil perhitungan kadar timbal pada air laut

Pengulangan	Kadar logam Pb (mg/L)	Rerata kadar logam	Baku mutu
1	0,032 mg/L		
2	0,033 mg/L	0,032 mg/L	0,005 mg/L
3	0,029 mg/L		
4	0,033 mg/L		

Berdasarkan hasil perhitungan pada table 1 di atas menunjukkan bahwa kadar logam timbal (Pb) di perairan Pelabuhan Tenau telah melebihi baku mutu yang ditentukan oleh Kepmen LH No.51 Tahun 2004 yaitu sebesar 0,005 mg/L. Tingginya kadar logam Pb pada air laut ini disebabkan banyaknya aktivitas manusia yang terjadi di perairan Pelabuhan Tenau seperti aktivitas kapal penumpang dan barang, aktivitas kendaraan roda dua dan empat dan berbagai aktivitas nelayan. Aktivitas yang dilakukan oleh nelayan seperti pergantian bahan bakar dan

pegecatan kapal, semuanya dilakukan di pinggir pantai dengan jumlah yang cukup banyak yang dapat dapat menyebabkan pencemaran air laut.

Kadar Timbal pada Ikan Baronang

Kadar timbal logam timbal (Pb) dalam sampel uji dengan 4 kali pengulangan untuk diketahui akurasi dari data yang diperoleh dengan spektrofotometri serapan atom. Berikut hasil perhitungan kandungan logam timbal (Pb) pada daging ikan baronang yang dapat dilihat pada tabel berikut.

Tabel 2. Hasil perhitungan kadar timbal pada daging ikan baronang

Pengulangan	Kadar logam Pb (mg/kg)	Rerata kadar logam	Baku mutu
1	2,170 mg/kg		
2	1,447 mg/kg	1,629 mg/kg	0,3 mg/kg
3	1,595 mg/kg		
4	1,305 mg/kg		

Berdasarkan hasil perhitungan pada tabel 2 diatas menunjukkan bahwa kadar kadar logam Pb pada daging ikan baronang telah melebihi baku mutu yang telah ditetapkan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) Tahun 2009 yaitu sebesar 0,3 mg/kg. Tingginya kadar logam timbal (Pb) dalam sampel ikan yang dianalisis disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu makanan dan tempat pemancingan ikan.

Ikan baronang merupakan spesies ikan laut yang hidup diperairan dangkal dengan kedalaman 3-50 meter dan umumnya di kedalaman air kurang dari 45 meter dibawah permukaan laut terutama terumbu karang, pantai karang dan padang lamun. Ikan ini tergolong sebagai ikan *omnivora* yaitu ikan pemakan alga (mikroalga, makroalga dan *protozoa*) yang tumbuh pada karang mati atau pasir di dasar laut, *detritus* dan juga *crustacea*. Makanan ikan inilah yang menjadi penyebab logam timbal masuk dalam tubuh ikan baronang melalui pencernaan. Hal ini didukung oleh pendapat Sahetapy (2011) yang menyatakan bahwa logam berat timbal (Pb) yang masuk ke dalam perairan akan mengendap di dasar laut dan mencemari makanan ikan baronang yaitu alga, *detritus* dan *crustacea* yang apabila dimakan oleh ikan baronang, maka logam berat timbal (Pb) akan ikut masuk ke dalam tubuh ikan baronang.

Pada penelitian ini telah dilakukan analisis logam berat timbal (Pb) pada air laut dan ikan didapatkan kadar logam timbal (Pb) sebesar 0,032 mg/L dan 1,629 mg/kg. Kandungan logam berat timbal pada ikan lebih tinggi, hal ini disebabkan ikan tersebut sudah terpapar oleh logam berat timbal (Pb) dan telah mengakumulasi logam berat timbal (Pb) yang berada di sekitar perairan sampai proses penangkapannya, sehingga kandungan logam berat timbal (Pb) lebih besar dibandingkan dengan air laut. Kandungan logam berat timbal pada ikan lebih tinggi, hal ini disebabkan ikan tersebut sudah terpapar oleh logam berat timbal (Pb) dan telah mengakumulasi logam berat timbal (Pb) yang berada di sekitar perairan sampai proses penangkapannya, sehingga kandungan logam berat timbal (Pb) lebih besar dibandingkan dengan air laut.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Hasil uji validasi metode analisis kadar timbal (Pb) pada air laut dan daging ikan baronang menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang 283,3 nm dapat digolongkan dalam kategori teliti atau valid, dapat ditunjukkan dengan persamaan regresi linear $y = 0,0218x - 0,0056$ dengan nilai $r = 0,9994$; LoD sebesar 0,23; LoQ sebesar 0,77 ppm. Akurasi yang diperoleh pada konsentrasi 0,5 ppm – 5 ppm masuk rentang 85% - 115%.
2. Kadar logam timbal (Pb) yang terdapat dalam sampel air laut sebesar 0,030 mg/L sudah melebihi baku mutu yang telah ditetapkan oleh Kepmen LH No. 51 Tahun 2004 batas cemaran timbal pada air laut sebesar 0,005 mg/L. Sedangkan kadar logam berat timbal (Pb) yang terdapat dalam sampel ikan sebesar 1,629 mg/kg sudah melebihi baku mutu yang ditetapkan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) No. 7387 Tahun 2009 ambang batas logam berat timbal (Pb) pada ikan dan olahannya adalah 0,3 mg/kg dan sangat tidak layak dikonsumsi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Fadhlani, A. 2016. Analisis Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) pada Ikan Bandeng (*Chanos-chanos*) di Beberapa Pasar Tradisional Kota Makassar. *Skripsi*. Jurusan Biologi. Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alaudin. Makassar.
2. Hakim, A. L. 2016. Bioakumulasi Logam Berat Kadmium (Cd) pada Udang Windu (*Peneus monodon*) Di Tambak Tradisional Kecamatan Jabon, Kabupaten Sidoarjo. *Skripsi*. Universitas Airlangga. Surabaya.
3. Handayani, C., & Lestari, J. 2018. Validasi Metode Analisa Kadar Logam Fe pada Rambut Masyarakat di Sekitar Kawasan Industri Semen. *Jurnal Katalisator*. 3(1): 36-42.
4. Harmita. 2006. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Jakarta: Departemen Farmasi FMIPA Universitas Indonesia.
5. Ika., Tahril., & Said, I. 2012. Analisis Logam Timbal (Pb) dan Besi (Fe) Dalam Air Laut di Wilayah Pesisir Pelabuhan Ferry Taipa Kecamatan Palu Utara. *Karya Tulis Ilmiah*. 1(4): 181-186.
6. Indirawati, S. M. 2017. Pencemaran Logam Berat Pb dan Cd dan Kesehatan Pada Masyarakat di Kawasan Pesisir Belawan. *Jurnal Jumantik*. 2(2): 54-60.
7. Kantor Kementerian Negara Lingkungan Hidup. 2004. *Keputusan Kementerian Lingkungan Hidup No. Kep-51/2004 Tentang Pedoman Penetapan Baku Mutu Air Laut*. Jakarta: Kantor Negara Lingkungan Hidup.

8. Mardani, N. P. S., Restu, I. W., & Alfi, H. W. S. 2018. Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) Pada Badan Air dan Ikan di Perairan Teluk Benoa. *Jurnal Tren Terkini Dalam Ilmu Akuatik*. 1(1): 106-113.
9. Palar, H. 2012. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta.
10. Putra, P. D., Sulistiyani, & Budiyo. 2016. Analisis Kandungan Timah Hitam (Pb) Pada Ikan Belanak Di Sungai Tapak Kota Semarang. *Jurnal Kesehatan Masyarakat Universitas Diponegoro*. 85-93.
11. Rizkiana, L., Karina, S., & Nurfadillah. 2017. Analisis Timbal (Pb) pada Sedimen dan Air Laut di Kawasan Pelabuhan Nelayan Gampong Deah Glumpang Kota Banda Aceh. *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Kelautan dan Perikanan Unsyiah*. 2(1): 89-96.
12. Setyaningrum, E. W., Agustina, T. K. D., Mega, Y., & Endang, D. M. 2018. Analisis Kandungan Logam Berat Cu, Pb, Hg dan Sn Terlarut di Pesisir Kabupaten Banyuwangi. *Prosiding Seminar Nasional Kelautan dan Perikanan IV*. 144-153.
13. Setyawan, A. 2018. Validasi Metode Analisis Logam pada Limbah Radioaktif Cair Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom. *Buletin Limbah*. 15(1) : 21-31.
14. Standar Nasional Indonesia. 2009. SNI 7387. *Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
15. Standar Nasional Indonesia. 2019. SNI 6989-84. Air dan air limbah – Bagian 84 : *Cara Uji Kadar Logam Terlarut dan Logam Total secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
16. Sukaryono, I. D. 2018. Kandungan Logam Berat Pb dan Cd pada Sedimen di Pesisir Teluk Ambon dalam Sebagai Indikasi Tingkat Pencemaran. *Majalah Biam*. 14(1): 1.

METODE PENELITIAN

Waktu dan Tempat

Penelitian dilakukan pada bulan Desember sampai Maret 2024. Preparasi sampel dilakukan di Laboratorium Kimia Pakan FPKP Universitas Nusa Cendana, serta analisis Spektrofotometri Serapan Atom dilakukan di Laboratorium Teknik dan Riset Terpadu Universitas Nusa Cendana.

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *cool box*, kantong plastik, pisau, buku, pulpen, kamera, sarung tangan, masker, seperangkat alat SSA, timbangan analitik, pipet, *hot plate*, tanur, cawan porselen, kaca arloji, desikator, oven, erlenmeyer, kertas saring whatman no. 41, labu ukur 50 ml dan 100 ml, dan labu takar *polypropylene*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel daging ikan baronang, air laut, es batu, aquades (H₂O), dan larutan HNO₃ pekat.

Prosedur Kerja

Preparasi Sampel

Pembersihan sampel dilakukan dengan cara mencuci sampel sampai bersih dengan air mengalir kemudian sampel ikan baronang dibersihkan sisik, sirip, tulang dan organ dalamnya, kemudian diambil bagian dagingnya, lalu dicuci dan dibersihkan dengan air. Masing-masing sampel tersebut dipisahkan antara daging dan tulangnya, diambil bagian dagingnya, lalu dicuci dan dibersihkan dengan air. Kemudian, dihaluskan menggunakan blender hingga menjadi partikel kecil. Sampel disimpan di cawan porselen yang bersih dan tertutup. Botol yang berisi sampel air kemudian dimasukkan ke dalam *cool box* yang berisi es batu agar tidak terjadi perubahan secara biologis dan kimiawi, selanjutnya sampel ditutup rapat.

Destruksi Sampel Dengan Metode Destruksi Kering

- **Destruksi Sampel Air Laut**

Sampel air laut sebanyak 50 mL yang sudah homogen dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL kemudian ditambahkan HNO₃ pekat sebanyak 5 mL, kemudian ditutup dengan kaca arloji. Dipanaskan perlahan di pemanas listrik sampai volume larutan sampel 25 mL. Jika destruksi belum sempurna Ditambahkan lagi HNO₃ pekat kemudian ditutup lagi dengan kaca arloji dan dipanaskan lagi. Dilanjutkan dengan penambahan HNO₃ pekat dan pemanasan sampai semua logam larut, sampai endapan dari sampel menjadi agak putih atau jernih. Kaca arloji dibilas dan air bilasan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Sampel air dipindah ke dalam labu ukur 50 mL sambil disaring dan ditambahkan dengan aquades sampai tanda batas. Kemudian sampel siap diukur menggunakan SSA.

- **Destruksi Sampel Daging Ikan Baronang**

Sampel ikan baronang dimasukkan dalam oven dan dipanaskan pada suhu 100°C untuk dikeringkan. Setelah kering, sampel ditimbang sebanyak 1 gram dan dimasukkan ke dalam cawan crush untuk di tanur dengan suhu yang digunakan adalah 450°C selama 18 jam (3 hari) sampai sampel berbentuk abu berwarna putih. Sampel yang sudah menjadi abu kemudian didinginkan dalam desikator. Setelah dingin sampel dilarutkan dalam 5 mL larutan HNO₃ pekat kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Larutan tersebut kemudian disaring dengan kertas saring whatman no. 41, lalu hasil filtratnya ditampung dalam Erlenmeyer yang kemudian akan dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Timbal (Pb)

Larutan standar Pb induk 1000 ppm dibuat dengan cara menimbang 0,1599 gram serbuk Pb(NO₃)₂, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas. Ke dalam labu ukur dipipet 0,1 mL larutan standar timbal 1000 ppm lalu diencerkan sampai tanda batas dengan aquades. Larutan ini disebut larutan induk baku (LIB) dengan konsentrasi 10 ppm. Kemudian larutan induk baku 10 ppm dipipet masing-masing 0,25 mL; 0,5; 1 mL; 3 mL; dan 5 mL. Masing-masing larutan tersebut dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL yang berbeda dan diencerkan dengan aquades sampai tanda batas lalu dihomogenkan dengan cara dikocok.

Konsentrasi yang diperoleh dari masing-masing labu ukur cara berurutan adalah 0,25 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 3 ppm; dan 5 ppm. Selanjutnya diukur nilai absorbansi pada panjang gelombang 283,3 nm menggunakan SSA. Pengulangan dilakukan sebanyak 5 kali pada tiap sampel.

Analisis Data

- **Linearitas**

Linearitas merupakan daerah (range) konsentrasi analit tertentu pada grafik absorbansi terhadap konsentrasi yang memberikan respon linier dimana kenaikan absorbansi berbanding lurus dengan kenaikan konsentrasi (Harmita, 2006). Respon linear ditunjukkan melalui persamaan garis sebagai berikut:

$$Y = bx + a$$

- **Sensitivitas**

Sensitivitas dapat dinyatakan sebagai *slope* kurva. Pada penelitian ini sensitivitas dinyatakan sebagai nilai slope kurva standar yang diperoleh dengan rentang tertentu. Sensitivitas suatu data menunjukkan tiap satu satuan perubahan konsentrasi akan menghasilkan perubahan absorbansi sebesar nilai *slope* tertentu (Harmita, 2006).

- **Akurasi**

Akurasi merupakan kemampuan suatu metode analisis untuk memperoleh nilai yang sebenarnya (ketepatan pengukuran). Akurasi diperoleh dengan menghitung persen *recovery*. Persamaannya yaitu:

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{Hasil analisis} \times 100\%}{\text{Nilai sebenarnya}}$$

- **Penentuan Batas Deteksi (LOD) dan Batas kuantitasi (LOQ)**

Penentuan LOD dan LOQ menggunakan hasil regresi dari larutan standar Pb menggunakan Microsoft excel dan hasil yang didapatkan berupa data-data pada tabel. Setelah itu, data pada tabel dimasukkan ke dalam rumus LOD dan LOQ. LOD dan LOQ dapat dihitung menggunakan rumus:

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S(x/y)}{b}$$
$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S(x/y)}{b}$$

Perhitungan Kadar Timbal (Pb)

- **Air Laut**

$$\text{Kadar logam (mg/L)} = \frac{X \times F_p \times V_1}{V_2}$$

- **Ikan**

$$\text{Kadar logam (mg/kg)} = \frac{X \times F_p \times V}{W}$$