

Verifikasi Metode SNI 6989.6:2009 Penentuan Kadar Tembaga (Cu) Dalam Keong Sawah

Risa Nurlaili Qodariah¹, RR Dian Wijayanti P², dan Sarah Fauziah Nurahmah³

¹Mahasiswa Program D3 Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Bandung, Indonesia

^{2,3}Mahasiswa Program D3 Analisis Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Bandung, Indonesia

Email korespondensi : nurlailirisa6@gmail.com

Abstrak

Latar Belakang: Pencemaran air telah meluas ke lingkungan pesawahan sejalan dengan perkembangan industri dan dapat mempengaruhi makhluk hidup di area tersebut salah satunya keong sawah. Cemaran yang ada di air tersebut dapat masuk kedalam tubuh keong sawah salah satunya logam tembaga (Cu). Meskipun logam tembaga (Cu) merupakan salah satu mineral yang dibutuhkan oleh manusia tetapi apabila dikonsumsi melebihi ambang batas akan berdampak negatif salah satunya memicu penyakit anemia dan osteoporosis. Penelitian ini bertujuan untuk memverifikasi kadar logam tembaga (Cu) yang terkandung dalam keong sawah.

Metode: Pengujian kadar Cu dalam keong sawah dilakukan secara spektrofotometri serapan atom nyala (*Atomic Absorption Spectroscopy*) melalui tahap verifikasi alat AAS (*Atomic Absorption Spectroscopy*) dan verifikasi metode mengingat SNI 6989.6:2009 merupakan cara uji tembaga (Cu) secara spektrofotometri serapan atom nyala untuk air dan air limbah, setelah dilakukan verifikasi metode dilakukan pengujian terhadap enam sampel dengan perlakuan yang sama.

Hasil:

Pada proses verifikasi pengujian logam tembaga pada keong sawah dengan metode AAS memiliki linieritas yang baik, %nilai perolehan kembali pada rentang 101 hingga 106, nilai kepresisian 2,09%, limit deteksi sebesar 0.075 ppm dan limit kuantifikasi sebesar 0.45 ppm. Konsentrasi Cu dalam sampel keong sawah secara berurutan adalah 5.7 mg/kg , 3,5 mg/kg , 6,2 mg/kg , 4,9 mg/kg. Rata-rata kadar Cu dalam keong sawah adalah sebesar 5.4 miligram dalam 1 kilogram keong sawah.

Kesimpulan: Hasil verifikasi metode menunjukkan pengujian kadar Cu dalam sampel keong sawah dapat dilakukan di Laboratorium Analitik Instrumen Teknik Kimia Politeknik Negeri Bandung sesuai persyaratan standar SNI 6989.6:2009. Kadar Cu dalam sampel 1 hingga sampel 6 tidak melebihi ambang batas maksimum cemaran logam dalam makanan yang diatur Keputusan Direktur Jendral Pengawasan Obat dan Makanan No.03725/B/SK/VII/1989 dan juga aman dikonsumsi setiap hari dengan batas konsumsi keong sawah tidak lebih dari satu kilogram per hari.

Kata Kunci: Keong Sawah, *Atomic Absorption Spectroscopy*, Verifikasi, SNI 6989.6:2009

Abstract

Background: *Water pollution has expanded into paddy fields in line with industrial developments and can affect animal in that area, one of them is paddy snail. Contaminants in the water can enter into the body of paddy snail, one of them is copper metals. Although copper is one of the minerals needed by humans if it consumed in excess of the threshold it will have a negative impact which is can trigger anemia and osteoporosis. This research was aim to verify the concentration of copper (Cu) contained in paddy snails.*

Method: In this research Copper content measurement in paddy snails is analyzed using the Atomic Absorption Spectroscopy through AAS (Atomic Absorption Spectroscopy) tool verification and verification method considering SNI 6989.6: 2009 is copper (Cu) test method for water and wastewater, after that the research continued by conduct a test for six samples with the same treatment.

Results: The results of the verification process of copper metal testing have good linearity, % recovery values are in the range of 101% to 106%, the precision value is 2.09%, the limit of detection value is 0.075 ppm and the limit of quantification value is 0.45 ppm. Copper concentrations in paddy snail samples from sample 1 to sample 6 were sequentially 5.7 mg/kg, 3.5 mg/kg, 6.2 mg/kg, 5.8 mg/kg, 6.2 mg/kg and 4.9 mg/kg. The average Cu concentration in paddy snails is 5.4 milligrams in 1 kilogram of paddy snail.

Conclusion: The results of the verification method show that copper content testing in paddy snail samples can be carried out in the Analytical Instrument Laboratory of the State Polytechnic Chemical Engineering Bandung according to the standard requirements of SNI 6989.6: 2009. The copper concentration in paddy snail samples did not exceed the maximum threshold of metal contamination in the food according to regulation by the Director of Drug and Food Control Decree No.03725 / B / SK / VII / 1989 and also safe to consume with a consumption limit one kilogram per day.

Keywords: Paddy Snail, Atomic Absorption Spectroscopy, Verification, SNI 6989.6:2009

PENDAHULUAN

Pencemaran logam tembaga di lingkungan persawahan daerah Kecamatan Rancaekek meningkat sejalan dengan perkembangan industri sebagai dampak dari limbah yang dihasilkan karena masuk ke sistem irigasi persawahan tersebut. Selain itu, logam tembaga dapat timbul akibat dari kegiatan rumah tangga, pembakaran dan mobilitas bahan bakar.

Logam tembaga yang melebihi ambang batas sangat berbahaya bagi keberlangsungan hidup organisme di sekitarnya. Logam tembaga pada perairan dapat dikonsumsi oleh ikan, kurstasea, dan moluska yang memiliki kemampuan untuk mengakumulasi logam tembaga dalam jaringannya dan dapat mengakibatkan efek biotoksik pada manusia.

Logam tembaga diserap oleh tubuh hewan perairan dalam bentuk ion. Penyerapan dilakukan melalui saluran pencernaan. Logam tembaga akan tertimbun dalam jaringan terutama di hati dan ginjal. Ion logam yang masuk ke jaringan makhluk hidup bersenyawa dengan bahan kimia jaringan makhluk hidup membentuk

senyawa kompleks organik-protein yang disebut metalionin (Nurtoni,1984).

Keong Sawah (*Pila Ampullacea*) adalah salah satu organisme perairan tawar yang mampu mengakumulasi logam berat dari makanannya sehingga dapat dinilai sebagai biomonitor logam potensial. Keong Sawah (*Pila Ampullacea*) ini mudah ditemukan, sering dikonsumsi oleh masyarakat dan memiliki massa yang cukup untuk dianalisis. Konsumsi Keong Sawah (*Pila Ampullacea*) yang memiliki tingkat cemaran logam tembaga melebihi ambang batas maksimum akan mengakibatkan keracunan dengan gejala yang ditimbulkan adalah mual, muntah-muntah, menceret, sakit perut hebat, dan hemolisis darah. Berdasarkan Keputusan Direktur Jendral Pengawasan Obat dan Makanan No.03725/B/SK/VII/1989 tentang batas maksimum cemaran logam dalam makanan diatur bahwa cemaran logam tembaga yang diperbolehkan sebesar 0,1-150 mg/kg dan menurut angka kecukupan gizi (AKG) tembaga berdasarkan WHO (1973) mengenai *Trace Elements in Human Nutrition* menjelaskan bahwa batas toleransi

tertinggi yang dapat dikonsumsi adalah 0,5 mg Cu / kg berat badan per hari.

Berdasarkan uraian diatas maka perlu dilakukan pengujian untuk mengetahui kadar logam tembaga (Cu) melalui akumulasi terhadap Keong Sawah (*Pila Ampullacea*) menggunakan metode spektrofotometri serapan atom (SSA).

METODE

Percobaan ini dilakukan di Laboratorium Analisis Kimia Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Bandung. Alat dan Bahan yang digunakan diantaranya labu takar, buret, pipet volume, pipet ukur, gelas kimia, corong, batang pengaduk, bola hisap, spatula, botol vial, cawan pijar, neraca analitik, furnace, oven, bunsen dan spektrofotometer serapan atom merk SavantAA AAS-GBC Scientific Equipment. Bahan yang digunakan adalah larutan HNO₃ pekat dan 0,01 M, larutan induk Cu 100 ppm, aqua demineral, dan Keong Sawah (*Pila Ampullacea*) dari Kecamatan Rancaekek. Tahap-tahap percobaannya sebagai berikut:

- a. Verifikasi metode penentuan kadar tembaga pada Keong Sawah (*Pila ampullacea*)

Pada tahap ini terdapat parameter yakni linearitas, akurasi, presisi, LOD, dan LOQ.

1. Linearitas

Pada tahap pengukuran linearitas dilakukan menggunakan larutan induk standar Cu 100 ppm yang telah diencerkan menjadi 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm dan 0,4; 0,6; 0,8; dan 1 ppm dengan pelarut HNO₃. Diukur menggunakan SSA pada kondisi operasi alat yang telah terverifikasi sebelumnya.

2. Akurasi dan presisi

Larutan induk standar Cu 100 ppm diencerkan menjadi 0,45 ppm dibuat sebanyak enam buah pada labu takar 50 mL dengan pelarut HNO₃ dan diukur menggunakan SSA pada kondisi

operasi alat yang telah terverifikasi sebelumnya.

3. Limit Deteksi Metode (LOD) dan Limit Kuantifikasi Metode (LOQ)

Pembuatan larutan standar dengan konsentrasi terkecil yang dapat dideteksi oleh alat dan menghasilkan hasil yang stabil. Penentuan limit kuantifikasi sama dengan perhitungan limit deteksi namun yang membedakan adalah besaran nilainya. Limit deteksi merupakan tiga kali nilai standar deviasinya, sedangkan limit kuantifikasi adalah sepuluh kali nilai standar deviasinya. Larutan standar Cu 0,075 ppm untuk nilai LOD dan 0,450 ppm untuk nilai LOQ masing-masing dibuat sebanyak enam buah pada labu takar 50 mL dengan pelarut HNO₃ dan diukur absorbansinya menggunakan SSA pada kondisi operasi alat

yang telah terverifikasi sebelumnya.

- b. Penentuan kadar logam tembaga menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA)

1. Destruksi keong sawah (*Pila ampullacea*)

Daging keong sawah sebanyak 3 gram yang sudah dikeringkan dalam oven pada suhu 70°C dipijarkan pada cawan pijar yang telah konstan dalam furnace dengan suhu 550°C sehingga menghasilkan abu daging keong sawah yang kemudian dilarutkan pada 5 mL HNO₃ pekat dan dipanaskan pada suhu rendah hingga larutan kering lalu ditambahkan 15 mL larutan HNO₃ pekat dan dipanaskan sampai mendidih. Larutan yang telah dingin disaring agar terpisah antara filtrat dan residunya. Sampel yang masih terdapat pada cawan pijar dilarutkan kembali oleh 10 mL larutan HNO₃ dan disaring

kembali. Selanjutnya filtrat yang diperoleh dianalisis menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA).

2. Pengukuran kadar Cu menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA)

Setelah didapatkan filtrat dari proses destruksi Keong Sawah (*Pila ampullacea*) maka selanjutnya ditentukan kadar Cu menggunakan pengukuran standar adisi yakni sampel sebanyak 5 mL pada 6 buah labu takar yang masing-masingnya dimasukkan larutan standar Cu yang sudah diketahui konsentrasinya dan diukur menggunakan SSA.

HASIL

- a. Kondisi operasi yang diperoleh adalah sebagai berikut:

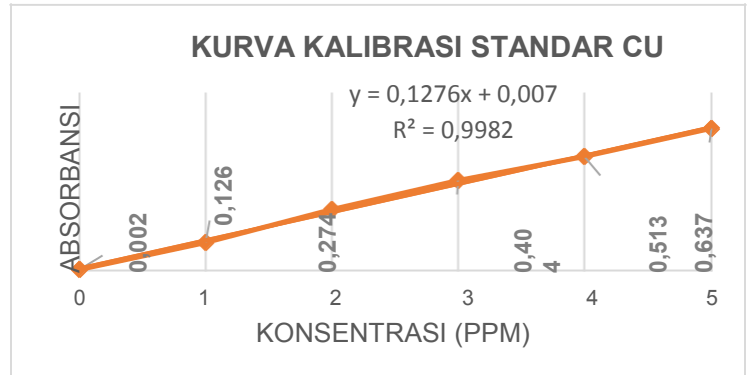
Kriteria pemilihan kondisi optimum adalah kondisi operasi saat absorbansi mendekati 0,88 dengan melakukan pengukuran terhadap Copper standard 5 ppm.

$$\text{Cu } 5 \text{ ppm} = \frac{5 \text{ ppm} \times 0,0044}{0,025} = 0,88$$

Fuel flow (Acetylene) : 1,500 (l/min)
 Air flow : 10,00 (l/min)
 Wavelength : 324,70 nm
 Sensitivity : 0,025 µg/ml
 Tinggi burner : 0,7 cm

- b. Verifikasi metode penentuan kadar tembaga pada Keong Sawah (*Pila ampullacea*)

- i. Linieritas Metode



Gambar 1

- ii. Akurasi, Presisi dan Limit Kuantifikasi Metode (LOQ)

Tabel 1

Larutan (ppm)	Absorbansi	Konsentrasi percobaan	%Recovery
0,45	0,068	0,48	106
0,45	0,067	0,47	105
0,45	0,066	0,46	103
0,45	0,065	0,46	101
0,45	0,065	0,46	101
0,45	0,065	0,46	101

$$\text{Presisi (\%RSD)} = 0,462/0,0099$$

- ii. Limit Deteksi Metode

Tabel 2

Larutan (ppm)	Absorbansi
0,075	0,009
0,075	0,010
0,075	0,009
0,075	0,010
0,075	0,009
0,075	0,011

- b. Penentuan kadar logam tembaga menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA)

Konsentrasi Cu dalam sampel keong sawah secara berurutan adalah 5,7 mm/kg, 3,5 mm/kg, 6,2 5 mm/kg, 5,8 mm/kg, 6,2 mm/kg, dan 4,9 mm/kg. Rata-rata kadar Cu dalam keong sawah adalah sebesar 5,4 miligram dalam 1 kilogram keong sawah.

PEMBAHASAN

- a. Verifikasi metode penentuan kadar tembaga pada Keong Sawah (*Pila ampullacea*)

Dalam tahapan pengujian kadar Cu sampel keong sawah yang diperoleh dari persawahan daerah Kecamatan Rancaekek, terlebih dahulu dilakukan verifikasi metode standar SNI 6989.6:2009 tentang cara uji tembaga (Cu) secara spektrofotometri serapan atom (SSA) – nyala. Verifikasi metode dilakukan terhadap lima parameter yaitu uji linieritas, presisi, akurasi, LOD dan LOQ.

- i. Linieritas Metode

Parameter ini bertujuan untuk menunjukkan respon alat (absorbansi) yang berbanding lurus dengan konsentrasi analit. Pengujian logam tembaga pada keong sawah dengan metode AAS memiliki linieritas yang baik dengan koefisien korelasi sebesar 0,9982 dengan slope 0,1276 dan nilai intercept sebesar 0,007 yang menunjukkan daerah tersebut merupakan daerah linier sehingga kurva dapat digunakan untuk menentukan konsentrasi analit.

- ii. Akurasi

Pengujian logam tembaga pada keong sawah dengan metode AAS memiliki nilai perolehan kembali (%*recovery*) yang baik yakni berkisar pada rentang 101% hingga 106%. Nilai rentang tersebut memenuhi persyaratan SNI 6989.6:2009 yang memberi

batasan %*recovery* berkisar pada rentang 85% hingga 115%. Hal ini menunjukkan bahwa tidak ada penambahan analit karena kontaminasi atau hilangnya analit karena proses preparasi sampel. Metode pengujian kadar logam Cu dalam keong sawah memiliki akurasi yang tinggi.

- iii. Presisi

Pengujian logam tembaga pada keong sawah dengan metode SSA dilakukan pada konsentrasi 0,45 ppm sebanyak enam kali dan memiliki kepresisian yang baik yakni 2,09% sebab nilai tersebut kurang dari nilai persyaratan SNI 6989.6:2009 yaitu 10%.

- iv. Limit Deteksi Metode (LOD)

Limit deteksi didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah yang masih dapat dideteksi. Limit deteksi berdasarkan perhitungan adalah sebesar 0,03 ppm namun hasil pengukuran nilai absorbansi tidaklah stabil maka dilakukan pencarian nilai LOD dengan mengukur konsentrasi pada kelipatan dua dari hasil LOD perhitungan kemudian penurunan dan peningkatan dari konsentrasi yang diperoleh sehingga pada konsentrasi 0,075 ppm dihasilkan nilai absorbansi yang stabil.

Pengujian logam tembaga pada keong sawah dengan metode SSA memiliki limit deteksi sebesar 0,075 ppm.

- v. Limit Kuantifikasi Metode (LOQ)

Penentuan limit kuantifikasi sama dengan perhitungan limit deteksi namun yang membedakan adalah besaran nilainya. Limit deteksi merupakan tiga kali nilai standar deviasinya, sedangkan limit kuantifikasi adalah sepuluh kali nilai standar deviasinya. Pengujian logam tembaga pada keong sawah dengan metode SSA memiliki limit kuantifikasi sebesar 0,450 ppm.

- b. Penentuan kadar logam tembaga menggunakan spektrofotometri serapan atom (SSA)

Konsentrasi Cu dalam sampel keong sawah secara berurutan adalah 5,7 mg/kg,

3,5 mg/kg, 6,2 mg/kg, 5,8 mg/kg, 6,2 mg/kg, dan 4,9 mg/kg. Rata-rata kadar Cu dalam keong sawah adalah sebesar 5,4 miligram dalam 1 kilogram keong sawah. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa kadar logam tidak melebihi ambang batas Keputusan Direktur Jendral Pengawasan Obat dan Makanan No.03725/B/SK/VII/1989 tentang batas maksimum cemaran logam dalam makanan, karena kadar tersebut kurang dari batasan yang dipersyaratkan yaitu 0,1-150 mg/kg. Walaupun demikian angka kecukupan gizi (AKG) tembaga berdasarkan WHO (1973) mengenai Trace Elements in Human Nutrition menjelaskan bahwa batas toleransi tertinggi yang dapat dikonsumsi adalah 0,5 mg Cu / kg berat badan per hari. Ini menunjukkan bahwa keong sawah tersebut aman dikonsumsi setiap hari.

Sehingga konsumsi keong sawah dibatasi paling banyak satu kilo setiap harinya, hal ini dikarenakan bahan makanan lain yang juga mengandung tembaga (Cu) dan akan menambah jumlah tembaga Cu yang masuk ke dalam tubuh.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian yang tim lakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Hasil verifikasi metode menunjukkan pengujian kadar Cu dalam sampel keong sawah yang diperoleh dari persawahan daerah Kecamatan Rancaekek dapat dilakukan di Laboratorium Analitik Instrumen Teknik Kimia Politeknik Negeri Bandung sesuai persyaratan standar SNI 6989.6:2009.
2. Kadar Cu dalam sampel 1 hingga sampel (65,7 mm/kg, 3,5 mm/kg, 6,2 5 mm/kg, 5,8 mm/kg, 6,2 mm/kg, dan 4,9 mm/kg) tidak melebihi ambang batas maksimum cemaran logam dalam makanan yang diatur Keputusan Direktur Jendral Pengawasan Obat dan Makanan

No.03725/B/SK/VII/1989 dan juga aman dikonsumsi setiap hari dengan batas konsumsi keong sawah tidak lebih dari satu kilogram per hari.

DAFTAR PUSTAKA

- Hadi, Anwar. 2017. *Ringkasan SNI 6989.6:2009: Cara Uji Tembaga (Cu) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala*. www.infoblabing.com/2014/11/ringkasan-sni-698962009-cara-uji.html. Diunduh pada tanggal 14 Desember 2018
- Mu'nisa, A., Nurham. 2010. *Analisis Cemaran Logam BErat Tembaga (Cu) pada Ikan Tembang (Sardinella gibbosa) yang dipasarkan di Makassar*. Jurnal Bionature Vol.11(2) 61-64.
- Nurtoni, R. 1984. *Mutu Kerang Hijau Rebus yang Disimpan Pada Suhu Rendah*. Dalam laporan penelitian Teknologi Perikanan. Balai Penelitian Teknologi Perikanan. Jakarta.