

Kompleksometri Kalsium dan SSA Timbal Beberapa Depot Air Isi Ulang di Medan

Nur'Adina¹⁾, Hendri Faisal¹⁾, Suprianto²⁾

¹⁾Program Studi Farmasi, Institut Kesehatan Helvetia, Medan, Indonesia; ²⁾Program Studi Farmasi, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Indah, Medan, Indonesia; Corresponding author: hendrifaisal@helvetia.ac.id

Received: 08 Juli 2021; Revised: 28 Juli 2021; Accepted: 28 Juli 2021

DOI: <https://doi.org/10.52622/jisk.v2i2.19>

Abstract

Calcium minerals play an important role in maintaining body functions, while Lead is a dangerous heavy metal. The research was aimed at determining the levels of Calcium and Lead from several refill water depots in Medan. Calcium complexometry and lead AAS as their respective assay methods. Research shows calcium levels are 10.3-29.3 mg/L, correlation coefficient is 0.9928, and no lead is found in refill drinking water. Calcium levels do not meet the requirements, while lead levels still meet the WHO requirements.

Keywords: AAS, complexometry, calcium and lead

Abstract

Mineral kalsium berperan penting dalam pemeliharaan fungsi tubuh, sedangkan Timbal salah satu logam berat berbahaya. Penelitian ditujukan untuk penentuan kadar Kalsium dan Timbal dari beberapa depot air isi ulang di Medan. Kompleksometri kalsium dan SSA timbal sebagai metode penetapan kadar masing-masing. Penelitian menunjukkan kadar kalsium 10,3 – 29,3 mg/L, koefisien korelasi 0,9928, dan tidak ditemukan Timbal pada air minum isi ulang. Kadar kalsium tak memenuhi syarat, sedangkan kadar timbal masih memenuhi syarat menurut WHO.

Kata Kunci: SSA, kompleksometri, kalsium dan timbal

1. PENDAHULUAN

Air sebagai salah satu senyawa penting bagi tubuh manusia. Air dibutuhkan saat mencuci, memasak, dan keperluan lain pada kehidupan manusia (1). Air merupakan komponen utama penyusun senyawa tubuh manusia (70%) dan sebesar 90% reaksi biokimia memerlukan air sebagai medium. Kebutuhan air tergantung pada strata kehidupan. Semakin strata kehidupan, semakin meningkat kebutuhan air (2).

Kecukupan air minum dapat dengan konsumsi dari air minum dalam kemasan (AMDK). AMDK sangat efisien, disamping itu sehat, bahkan kualitas terjamin. Namun AMDK tidak ekonomis sehingga banyak yang konsumsi Air Minum Isi Ulang (AMIU). Namun, kualitas diragukan sebab informasi jelas tentang proses maupun aturan edar maupun pengawasan (3).

Depot AMIU (DAMIU) adalah tempat dilakukan konversi menjadi air minum yang dapat langsung dijual ke masyarakat (4). Badan Standardisasi Nasional menyatakan bahwa AMIU diolah dengan beberapa metode pengolahan, anatar lain: filterisasi dan penyinaran dengan sinar ultra violet (UV), *Reverse Osmosis* (RO), dan Ozonisasi. Akan tetapi dalam pengolahann, tidak semua AMIU dikelola dengan baik sesuai syarat yang dikeluarkan Pemerintah melalui Depkes RI dituangkan pada Peraturan Menkes Nomor 492/Menkes/Per/IV/2010, tentang syarat mutu air konsumsi (5).

Air dinyatakan baik serta layak dikonsumsi jika terbebas pencemar, baik padatan, cairan atau zat terlarut yang berdampak pada kesehatan, misalnya Timbal (Pb) (6). Pb merupakan logam yang digunakan sebagai pelapis logam penyalur air agar tidak mengalami korosi. Hal ini menyebabkan unsur timbal terurai dan mencemari air minum yang diperoleh dari DAMIU (7). Menurut WHO, batas maksimum Pb pada air yang dikonsumsi sebesar 0,01 mg/L (8).

Toksistas Pb bersifat kronis, dapat mengakibatkan kelelahan, kelesuhan, penurunan libido, infertile laki-laki, depresi, sakit kepala, sulit berkonsentrasi, insomnia, iritabilitas terganggu, menstruasi tidak teratur, dan aborsi spontan, serta penurunan daya ingat. Toksistas akut pada gastrointestinal dan neuro. Gangguan gastrointestinal berupa kram pada perut atau kolik biasa diawali sembelit, mual, muntah, dan sakit perut. Gangguan neurologi, seperti ensefalopati, ditandai dengan gejala pening, kebingungan, pingsan, gangguan fungsi ginjal, atau oliguria (9).

Kalsium sangat dibutuhkan kehadirannya di dalam air minum. Menurut WHO, kadar minimum dan optimum sebesar 20 mg/L dan 40-80 mg/L. Kalsium diperlukan sebanyak 800 mg/hari bagi orang dewasa (10). Mineral kalsium merupakan sangat dibutuhkan pada berbagai fungsi tubuh, antara lain: untuk tumbuh dan menunjang perkembangan fungsi motorik (11). Osteoporosis dan osteomalasia merupakan gangguan pertumbuhan tulang karena kekurangan mineral kalsium. Namun sebaliknya, jika kelebihan dapat menyebabkan masalah kesehatan seperti batu ginjal (12).

Merlyn (2014) melaporkan hasil penelitiannya bahwa AMIU dari Sei Agul, Kec. Medan Barat, Sumatera Utara menunjukkan kadar kalsium tidak memenuhi syarat, karena kadar < 20 mg/L yang dianjurkan oleh WHO (10). Ismayanti et al., (2019), melaporkan bahwa AMIU mengalami pencemaran logam Pb di sekitar kampus UII Yogyakarta dengan kadar 0,21 mg/L (6). Sehingga perlu penelitian penentuan kadar Ca dan Pb yang dijual di depot AMIU Kota Medan.

2. METODE PENELITIAN

Penelitian deskriptif dilakukan pemeriksaan kalsium dan timbal di Laboratorium Kalibrasi Baristand Medan dan Laboratorium Kesehatan Daerah Sumatera Utara. Sampel terdiri dari AMIU tidak ber merk dengan metode pengambilan sampel secara *purposive sampling*.

Alat terdiri dari: Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) lengkap dengan lampu katoda timbal, pH-meter, *hot plate*, timbangan analitik, kertas saring dan *spatula*, serta alat gelas. Bahan terdiri dari: akuades, HNO₃ pekat, Na₂EDTA, indikator Mureksid, NaOH, baku timbal, gas asetilen C₂H₂, dan AMIU.

Pembuatan Larutan Baku dan Kerja Pb

Ditimbang ± 0,16 gram kristal baku timbal, dimasukkan ke gelas tentukur 1000 ml, ditambah 10 ml asam nitrat pekat, diadkan dengan akuades hingga garis batas, selanjutnya dihomogenkan (Larutan Baku). Larutan kerja Pb dibuat dari pipet 0,0; 0,2; 0,4 ; 0,6; dan 0,8 ml baku dan dimasukkan masing-masing ke labu tentukur 100 ml. Kemudian diadkan hingga diperoleh 0,0; 0,2; 0,0; 0,6; dan 0,8 ppm (13).

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Diukur salah satu larutan baku timbal pada 200 - 400 nm. Kemudian ditentukan panjang gelombang maksimum untuk penentuan kurva kalibrasi dan penetapan kadar Pb (13).

Validasi Metode

Uji Linieritas, Batas Deteksi dan Kuantitasi

Larutan baku timbal 0,0; 0,2; 0,4; 0,6; dan 0,8 ppm diaspirasikan pada alat SSA dan dicatat absorbansinya. Kemudian diplot respon luas area dengan konsentrasi masing-masing, dan ditetapkan persamaan linier $Y = bX + a$ (14). Larutan blanko diukur sebanyak 7 ulangan untuk penentuan batas deteksi (LOD) dan kuantitasi (LOQ) dengan persamaan $LOD = 3xSD/b$ dan $LOQ = 10xSD/b$ (15).

Uji Akurasi dan Presisi

Uji akurasi dilakukan secara *standard addition method*. Larutan *spike* dan sampel dipreparasi, selanjutnya dianalisis dengan SSA pada 283,3 nm, dicatat respon absorbansi dari masing-masing konsentrasi larutan *spike* dan sampel. Ulangan sebanyak 3 kali, kemudian dihitung persen *recovery* melalui persamaan $[(C_1 - C_2)/C_3] \times 100\%$ (13).

Larutan baku Pb 0,4 ppm diukur dan dibaca absorbansi pada 283,3 nm sebanyak 6 kali ulangan (16). Respon yang diperoleh digunakan untuk menentukan presisi yang dinyatakan sebagai persen RSD. Kemudian dihitung kadar rerata (\bar{X}), simpangan baku (SD), dan persen RSD dengan persamaan $(SD/\bar{X}) \times 100\%$ (17).

Preparasi Sampel Uji

Erlenmeyer 125 ml disiapkan sebagai wadah 50 ml air minum dan ditambah 5 ml HNO₃ pekat. Selanjutnya dididihkan perlahan dan diuapkan pada *hot plate* hingga volume menjadi sekitar 10 ml - 20 ml. Larutan jernih yang diperoleh didinginkan dan disaring dengan Whatman 40. Hasil dimasukkan ke gelas tentukur 100 ml dan ditambah akuades hingga garis batas (13).

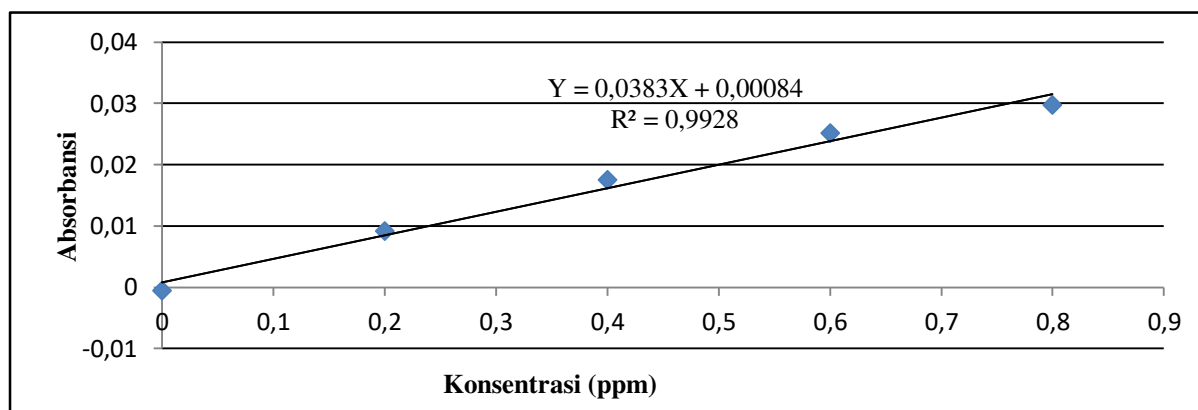
Penetapan Kadar Kalsium dan Timbal

Penetapan kadar kalsium dilakukan dengan metode titrimetri, yaitu: sebanyak 50 ml larutan AMIU dimasukkan ke erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan 2 ml NaOH 1N hingga keasaman 12-13. Kemudian ditambah sekitar 50 mg Mureksid dan dititrasi dengan EDTA 0,01M sampai menjadi ungu. Ulangan sebanyak dua kali. Volume larutan EDTA dicatat dan dirata-ratakan, serta dihitung kadar Ca (18). Absorbansi sampel diukur dengan SSA pada 283,3 nm. Konsentrasi timbal ditentukan dengan persamaan garis regresi dan kadar dengan rumus $M = X \times V \times F_p / V_s$ (10).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Uji Linieritas, Batas Deteksi dan Kuantitasi

Linieritas kurva baku dilihat dari koefisien korelasi (r) garis regresi. Data serapan masing-masing konsentrasi dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva Kalibrasi Timbal

Respon absorbansi baku terjadi pada 283,3 nm (13). Persamaan linier diperoleh $Y = 0,0383X + 0,00084$ dengan R^2 sebesar 0,9928 menunjukkan linier, karena terpenuhi rentang linearitas $0,99 \geq r < 1$ (17). Nilai r dari hasil analisis larutan baku dalam penelitian menunjukkan baik, karena mendekati 1. Hal ini memperlihatkan terdapat hubungan proporsional antara serapan dengan konsentrasi (14). Batas deteksi dan kuantitasi dihitung dengan pengukuran larutan blanko sebanyak 7 kali pada kurva kalibrasi timbal yang telah dibuat (Tabel 1).

Tabel 1. Pengukuran Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Ulangan	Blanko (ppm)
1	0,0000
2	0,0002
3	0,0003
4	0,0000
5	0,0011
6	0,0005
7	0,0012

Rata- Rata	0,0004714
SD	0,0005430
LOD	0,0425320
LOQ	0,1417754

Batas deteksi dan kuantitasi dinyatakan dengan LOD dan LOQ, masing-masing sebesar 0,042532 ppm dan 0,1417754 ppm (Tabel 1). Kadar timbal dari ketujuh sampel di bawah LOD dan LOQ, sehingga tidak terdeteksi, metode tidak standar (17).

Uji Akurasi dan Presisi

Tabel 2 dan Tabel 3 masing-masing menampilkan hasil uji akurasi tanpa atau dengan penambahan $Pb(NO_3)_2$ 0,4 ppm dan tabulasi hasil uji presisi.

Tabel 2. Data Hasil Uji Akurasi

Ulangan	Sampel		% Recovery
	Tanpa Ditambah Larutan Baku Pb (ppm)	Ditambah Larutan Baku Pb (ppm)	
1	0,0409	0,435	98,52
2	0,0445	0,423	94,62
3	0,0484	0,441	98,15
	Σ		291,29
	\bar{X}		97,09

Tabel 3. Data Hasil Uji Presisi

Konsentrasi Pb (ppm)	Absorbansi
0,4	0,0169
0,4	0,0170
0,4	0,0170
0,4	0,0174
0,4	0,0172
0,4	0,0177
SD	0,000303
% RSD	1,76
% Ketelitian Alat	98,24

Persen *recovery* sebesar 97,09 % (Tabel 2) menunjukkan metode memiliki akurasi yang baik sehingga layak digunakan. Penelitian didukung hasil akurasi dikatakan baik, jika persen *recovery* dalam range 80% - 110 % (16). Tabel 3 memberikan informasi % RSD sebesar 1,76 %, menunjukkan presisi metode baik, sebab persen $RSD \leq 2$ % (19). Kriteria sangat fleksibel, tergantung konsentrasi analit dan kondisi laboratorium. Persen RSD meningkat dengan penurunan kadar analit.

Kadar Timbal dan Kalsium

Tabulasi kadar kalsium AMIU ditampilkan pada Tabel 4.

Tabel 4. Kadar Kalsium AMIU

Sampel	Volume Titiasi			Kadar Ca (mg/L)
	V_1	V_2	\bar{V}	
MR	1,53	1,55	1,54	12,3
BR	3,68	3,70	3,66	29,3
PG	2,97	3,00	2,98	23,8
SL	1,90	1,87	1,88	15,0
PB	1,28	1,30	1,29	10,3
SK	1,63	1,65	1,64	13,1
AM	1,38	1,40	1,39	11,1

Penelitian analisis kadar Pb yang diperoleh dari beberapa depot AMIU di kota Medan secara SSA dari tujuh sampel AMIU tidak melebihi batas dan masih memenuhi syarat menurut WHO yaitu 0,01 mg/L. Penetapan kadar kalsium dilakukan dengan metode titrimetri.

Penambahan 2 ml NaOH 1N hingga pH 12-13 dilakukan agar Mg diendapkan sebagai Mg(OH)₂, sehingga EDTA hanya berinteraksi dengan ion kalsium. Menurut WHO, kadar minimum dan optimum kalsium yang dianjurkan sebesar 20 mg/L dan 40-80 mg/L (11). Sehingga kadar kalsium sampel II dan III memenuhi syarat, tetapi kadar kalsium pada sampel I, IV, V, VI, dan VII tidak memenuhi syarat, karena di bawah kadar anjuran WHO, yaitu 20 mg/L.

4. KESIMPULAN

Kadar kalsium pada AMIU ada yang tidak memenuhi syarat, sedangkan kadar timbal masih memenuhi syarat menurut WHO.

5. DAFTAR PUSTAKA

1. Febriwani FW, Elliyanti A, Reza M. Analisis Kadar Timbal (Pb) Air Minum Isi Ulang pada Depot Air Minum (DAM) di Kecamatan Padang Timur Kota Padang Tahun 2017. *Jurnal Kesehatan Andalas*. 2019; 8(3): 668–76. <https://doi.org/10.25077/jka.v8i3.1056>
2. Mairizki F. Analisa Kualitas Air Minum Isi Ulang di Sekitar Kampus Universitas Islam Riau. *Jurnal Katalisator*. 2017; 2(1): 9. <https://doi.org/10.22216/jk.v2i1.1585>
3. Walangitan MR, Sapulete MR, Pangemanan JM. Gambaran Kualitas Air Minum dari Depot Air Minum Isi Ulang di Kelurahan Ranotana-Weru dan Kelurahan Karombasan Selatan Menurut Parameter Mikrobiologi. *Jurnal Kedokteran Komunitas dan Tropik*. 2016; 4(1): 49–58.
4. RI KMPDP. Keputusan Menteri Perindustrian dan Perdagangan Republik Indonesia Nomor 651/MPP/kep/10/2004 tentang Persyaratan Teknis Depot Air Minum dan Perdaganganannya. Jakarta: Kemenperindag RI; 2004.
5. Kemenkes RI. Permenkes No.492/Menkes/Per/IV/2010 tentang Persyaratan Kualitas Air Minum. Jakarta: Kemenkes RI; 2010.
6. Kesumaningrum F, Ismayanti NA, Muhaimin M. Analisis Kadar Logam Fe, Cr, Cd dan Pb dalam Air Minum Isi Ulang Di Lingkungan Sekitar Kampus Universitas Islam Indonesia Yogyakarta Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). *Indonesian Journal of Chemical Analysis*. 2019; 2(01): 41–6. <https://doi.org/10.20885/ijca.vol2.iss1.art6>
7. Rahmi ZP. Hubungan Konsentrasi Timbal dalam Air Perusahaan Daerah Air Minum (PDAM) dengan Kejadian Hipertensi di Desa Sijantang Koto Kecamatan Talawi Kota Sawahlunto. [Skripsi]. Universitas Andalas; 2017.
8. World Health Organization. Chemical Fact Sheets. Guidelines for Drinking Water Quality. 2010.
9. Widowati W, Sastiono A, Jusuf R. Efek Toksik Logam. Pertama. Yogyakarta: Andi; 2008.
10. Florencia M. Analisis Kalsium, Magnesium, dan Timbal pada Air Mineral dalam Kemasan dan Air Minum Isi Ulang secara Spektrofotometri Serapan Atom. [Skripsi]. Universitas Sumatera Utara; 2014.
11. Kozisek F. Health Risks from Drinking Demineralised Water. Switzerland: WHO Library Cataloguing In Publication Data; 2005.
12. Suptijah P, Jacob AM, Deviyanti N. Karakterisasi dan Bioavailabilitas Nanokalsium Cangkang Udang Vannamei (*Litopenaeus vannamei*). *Jurnal Akuatika*. 2012; III(1): 63–73.
13. Indonesia BSN. Air dan air limbah – Bagian 8 : Cara uji timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)–Nyala. Jakarta; 2009.
14. Suprianto. Pengembangan Metode Penetapan Kadar Campuran Pemanis, Pengawet dan Pewarna secara Simultan dalam Sirup Esen dengan Menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. [Tesis]. Medan: Universitas Sumatera Urara; 2014.

15. Suprianto, Syamsul D, Harfiansyah MD. Aplikasi Metode Penetapan Kadar Rutin Parasetamol PT. Kimia Farma, Tbk Secara HPLC pada Sediaan Tablet Generik dan Bermerek di Medan. *Jurnal Indah Sains dan Klinis*. 2021;2(1):1–5. <https://doi.org/10.52622/jisk.v1i1.1>
16. Harmita H. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Pharmaceutical Sciences & Research (PSR)*. 2004;1(3):117–35. <https://doi.org/10.7454/psr.v1i3.3375>
17. Suprianto, Hafiz I, Faisal H, Harefa HM. Validasi Metode Penentuan Tablet Allopurinol Menggunakan Spektrofotometri Ultraviolet dalam Larutan Asam. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. 2019;22(2):29–37. <https://doi.org/10.14710/jksa.22.2.29-37>
18. Indonesia BSN. *Air dan Limbah-Bagian 13: Cara Uji Kalsium (Ca) dengan Metode Titrimetri*. 2004;
19. Horwitz W. *Official Methods of Association of Officials Analytical Chemistry*. 12th Editi. New York: Mc Grow-Hill; 1979.