

**PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA AIR DAN  
BIOTA DI PERAIRAN SUNGAI PORONG MENGGUNAKAN  
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
SITI SILVIKHATI ULFAH  
NIM. 18630089**



**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

**PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA AIR DAN  
BIOTA DI PERAIRAN SUNGAI PORONG MENGGUNAKAN  
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
SITI SILVIKHATI ULFAH  
NIM. 18630089**

**Diajukan Kepada  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang  
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam  
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)**

**PROGRAM STUDI KIMIA  
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI  
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM  
MALANG  
2022**

**PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA AIR DAN  
BIOTA DI PERAIRAN SUNGAI PORONG MENGGUNAKAN  
SPEKTROKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
SITI SILVIKHATI ULFAH  
NIM. 18630089**

**Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:  
Tanggal: 05 Desember 2022**

**Pembimbing I**



**Diana Candra Dewi, M.Si  
NIP. 19770720 200312 2 001**

**Pembimbing II**



**Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I  
NIDT. 19890113 20180201 1 244**

**Mengetahui,  
Ketua Program Studi**



**Rachmawati Ningsih, M. Si  
NIP. 19810811 200801 2 010**

**PENENTUAN KADAR LOGAM BERAT TIMBAL (Pb) PADA AIR DAN  
BIOTA DI PERAIRAN SUNGAI PORONG MENGGUNAKAN  
SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM (SSA)**

**SKRIPSI**

**Oleh:  
SITI SILVIKHATI ULFAH  
NIM. 18630089**

**Telah Dipertahankan Di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal: 13 Desember 2022**

**Ketua Penguji : Dr. Anton Prasetyo, M.Si  
NIP. 19770925 200604 1 003**

**Anggota Penguji I : Armeida Dwi Ridhowati M, M.Si  
NIP. 19890527 201903 2 016**

**Anggota Penguji II : Diana Candra Dewi, M.Si  
NIP. 19770720 200312 2 001**

**Anggota Penguji III : Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I  
NIDT. 19890113 20180201 1 244**

  
(.....)

  
(.....)

  
(.....)

  
(.....)

**Mengesahkan,  
Ketua Program Studi**

  
**Rachmawati Ningsih, M. Si  
NIP. 19810811 200801 2 010**

## PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Siti Silvikhati Ulfah  
NIM : 18630089  
Program Studi : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : Penentuan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) Pada Air dan Biota di Perairan Sungai Porong Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan penelitian data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila ini di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 05 Desember 2022  
Yang membuat pernyataan



Siti Silvikhati Ulfah  
NIM. 18630089

## HALAMAN PERSEMBAHAN

*Alhamdulillah rabbil'amin...*

Sujud syukur dan segala puji tiada henti kepada Allah SWT yang telah menggariskan takdir terbaik. Lantunan shalawat serta do'a tiada henti, saya persembahkan tugas akhir saya ini kepada,

Kedua orang tua saya, Bapak Ali Mahmudi dan Ibu Lutfah yang setiap waktu selalu memanjatkan do'a untuk anak satu-satunya ini, memberikan dukungan baik material dan non-material serta memberikan motivasi agar terselesainya tugas akhir ini.

Keluarga besar saya yang selalu mendo'akan, memberikan motivasi, dukungan, dan bantuan selama pengambilan sampel penelitian

Para dosen dan seluruh laboran Program Studi Kimia. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku dosen pembimbing utama, Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I selaku pembimbing agama, Ibu Dewi Yuliani, M.Si selaku dosen wali dari semester 1 sampai 8 dan Bapak A. Ghanaim Fasya, M.Si selaku dosen wali semester 9 yang telah membimbing dan memberikan banyak ilmu baik pada proses perkuliahan maupun penelitian sehingga dapat menyelesaikan tugas akhir ini dengan baik.

Orang-orang baik yang dikirim Allah untuk menemani saya dari awal perkuliahan hingga terselesainya tugas akhir ini yakni teman-teman Kripton angkatan 2018, Kimia A 2018, Ponpes Syah-Nur (Afifatul Fitri K, Aulya Maghfiroh (Almh), Azmi Khafidzotul 'Ilmi, Dinda Ayu Lestari, Faridatul Jannah, Hana Nur Habibah, Jihan Isabillah, Nita Islamiyah, Nur Rofiatul Majidah, Nurul Fitriathus S, Olivia Hanny Y, Ovilia Putri R dan Syahnur Haqiqoh), dan seperbimbingan Bu Diana (Febi Andriani dan Zia Azizah Salamah). Terima kasih untuk setiap do'a baiknya, motivasi, dukungan, dan bantuannya. Terima kasih telah menjadi bagian dalam hidup saya selama di bangku perkuliahan. Semoga hal ini dapat membawa keberkahan dalam hidup kita di masa depan. Aamiin...

## MOTTO

"فَا صَبِرْ إِنَّ وَعْدَ اللَّهِ"

"Maka bersabarlah kamu, sesungguhnya janji Allah itu benar"

Q.S Ghafir ayat 55

قال الإمام الشافعي رحمه الله: إنك لا تقدر أن ترضي الناس كلهم، فأصلح ما بينك وبين الله، ولا تنال بالناس

Kamu tak akan mampu membuat semua manusia senang, maka perbaikilah hubungan antara dirimu dengan Allah, dan jangan pedulikan apa kata manusia

-Imam Syafi'i-

## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **“Penentuan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) Pada Air dan Biota di Perairan Sungai Porong Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)”**. Shalawat serta salam semoga selalu tercurahkan kepada Nabi Muhammad SAW yang telah menerangi dunia dengan cahaya iman dan Islam. Penulis mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang membantu proses penulisan skripsi ini. Ucapan terima kasih ini, penulis sampaikan kepada:

1. Kedua orang tua Bapak Ali Mahmudi dan Ibu Lutfah yang selalu memberikan dukungan, perhatian, motivasi, dan do'a dalam penyelesaian penulisan skripsi.
2. Bapak Prof. Dr. H. M. Zainuddin, MA selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
5. Ibu Diana Candra Dewi, M.Si selaku pembimbing kimia yang sabar memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
6. Bapak Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I selaku pembimbing agama yang memberikan bimbingan, pengarahan dan nasehat kepada penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
7. Seluruh dosen Program Studi Kimia Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Seluruh teman-teman angkatan 2018 Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan dukungan dalam menyelesaikan skripsi ini.



Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan skripsi ini masih jauh dari sempurna. Penulis sangat terbuka dengan saran dan kritik yang bersifat membangun dari berbagai pihak demi kesempurnaan laporan ini. Semoga skripsi ini dapat menjadi sarana pembuka tabir ilmu pengetahuan baru dan bermanfaat bagi kita semua, Amin.

Malang, 05 Desember 2022

Penulis

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN .....	ii
HALAMAN PERSETUJUAN .....	iii
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN .....	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN .....	v
MOTTO .....	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR LAMPIRAN .....	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL .....	xiii
ABSTRAK .....	xiv
ABSTRACT .....	xv
مستخلص البحث.....	xvi
<b>BAB I PENDAHULUAN.....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Batasan Masalah.....	5
1.5 Manfaat.....	5
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>7</b>
2.1 Karakteristik Umum Sungai Porong .....	7
2.2 Biota Air .....	8
2.2.1 Ikan Mujair ( <i>Oreochromis mossambicus</i> ) .....	8
2.2.2 Ikan Keting ( <i>Mystus nigriceps</i> ).....	10
2.2.3 Ketam.....	11
2.3 Parameter Kualitas Air .....	13
2.4 Analisis Timbal dengan SSA .....	14
2.4.1 Destruksi Basah Tertutup.....	14
2.4.2 Pengukuran dengan SSA .....	15
2.5 Analisis ANOVA .....	16
<b>BAB III METODE PENELITIAN .....</b>	<b>18</b>
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	18
3.2 Alat dan Bahan .....	18
3.2.1 Alat.....	18
3.2.2 Bahan .....	18

3.3 Rancangan Penelitian .....	18
3.4 Tahapan Penelitian .....	19
3.5 Pelaksanaan Penelitian .....	19
3.5.1 Penentuan Lokasi Pengambilan Sampel .....	19
3.5.2 Pengambilan Sampel.....	21
3.5.2.1 Pengambilan Sampel Air.....	21
3.5.2.2 Pengambilan Sampel Biota .....	21
3.5.3 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel.....	22
3.5.3.1 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel Air.....	22
3.5.3.2 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel Biota Air.....	22
3.5.4 Pengukuran Parameter Air .....	22
3.5.4.1 pH.....	22
3.5.4.2 DO .....	23
3.5.4.2.1 Pembuatan Reagen Mangan Sulfat.....	23
3.5.4.2.2 Pembuatan Reagen Alkali Iodida Azida .....	23
3.5.4.2.3 Pembuatan Reagen Natrium Thiosulfat .....	23
3.5.4.2.4 Pengujian DO .....	24
3.5.5 Pengaturan Alat SSA .....	24
3.5.6 Pembuatan Larutan Standar .....	24
3.5.7 Destruksi Sampel .....	25
3.5.7.1 Destruksi Sampel Air .....	25
3.5.7.2 Destruksi Sampel Biota Air .....	25
3.5.8 Analisis ANOVA .....	26
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>29</b>
4.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel .....	29
4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb).....	30
4.3 Proses Destruksi Basah dalam Sampel Air dan Biota .....	31
4.4 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Air.....	34
4.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Biota .....	36
<b>BAB V PENUTUP.....</b>	<b>43</b>
5.1 Kesimpulan.....	43
5.2 Saran .....	44
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>	<b>45</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>51</b>

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian .....	51
Lampiran 2. Diagram Alir.....	52
Lampiran 3. Perhitungan.....	58
Lampiran 4. Data Hasil Instrumen Larutan Sampel.....	60
Lampiran 5. Hasil Parameter Pendukung.....	68
Lampiran 6. Ikatan Kompleks Logam Pb dengan Sistein.....	70
Lampiran 7. Analisa Statistik.....	71
Lampiran 8. Dokumentasi Penelitian.....	76

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Peta sungai Porong .....	7
Gambar 2.2 Ikan mujair ( <i>Oreochromis mossambicus</i> ) .....	9
Gambar 2.3 Ikan keting ( <i>Mystus nigriceps</i> ) .....	11
Gambar 2.4 <i>Parathelphusa convexa</i> .....	12
Gambar 2.5 Instrumen SSA .....	15
Gambar 3.1 Titik pengambilan sampel .....	20
Gambar 4.1 Kurva standar timbal .....	31
Gambar 4.2 Kadar logam Pb dalam sampel air dengan variasi tempat .....	34
Gambar 4.3 Kadar logam Pb dalam sampel biota dengan variasi tempat.....	36

## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Deskripsi lokasi pengambilan sampel.....	20
Tabel 3.2 Analisis sampel air .....	27
Tabel 3.3 Analisis sampel biota .....	28
Tabel 4.1 Hasil uji pH dan DO.....	34
Tabel 4.2 Hasil uji <i>one way</i> ANOVA dengan variasi tempat .....	34
Tabel 4.3 Hasil uji <i>two way</i> ANOVA dengan variasi tempat dan jenis biota.....	37

## ABSTRAK

Ulfah, S.S. 2022. **Penentuan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) Pada Air dan Biota di Perairan Sungai Porong Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (SSA)**. Skripsi. Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Diana Candra Dewi, M.Si; Pembimbing II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I.

---

**Kata kunci:** Air sungai, Biota sungai, Timbal (Pb), dan SSA

Sungai Porong adalah sungai terusan dari sungai Brantas yang berhulu di kota Mojokerto dan bermuara di Selat Jawa. Sungai Porong dimanfaatkan sebagai tempat pembuangan lumpur lapindo. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam berat timbal di perairan dan biota sungai Porong. Serta, untuk mengetahui korelasi kadar logam berat timbal (Pb) dengan biota sungai Porong. Metode yang digunakan adalah destruksi basah tertutup menggunakan refluks. Sampel air didestruksi menggunakan  $\text{HNO}_3$  pada suhu 60-70 °C selama 3 jam kemudian diuji menggunakan SSA dan hasil kadar logam timbal dianalisis menggunakan *one way* ANOVA. Sedangkan, pada sampel biota didestruksi menggunakan  $\text{HNO}_3 : \text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) pada suhu 100 °C selama 3 jam kemudian diuji menggunakan SSA dan hasil kadar logam timbal dianalisis menggunakan *two way* ANOVA dan dilakukan uji koefisien korelasi antara kadar logam berat timbal air dengan biota. Hasil kadar logam timbal pada air sungai Porong pada masing-masing sampel di lokasi 1, lokasi 2 dan lokasi 3 sebesar  $0,367 \pm 0,037$ ;  $0,204 \pm 0,033$ ; dan  $0,562 \pm 0,014$  mg/L. Sedangkan, kadar logam timbal pada biota di sungai Porong pada lokasi 1 dengan sampel ikan mujair, ikan keteng dan ketam sebesar  $9,550 \pm 1,052$ ;  $16,511 \pm 3,246$ ; dan  $16,769 \pm 1,476$  mg/Kg. Lokasi 2 dengan sampel ikan mujair, ikan keteng dan ketam sebesar  $1,917 \pm 0,309$ ;  $3,103 \pm 0,585$ ; dan  $4,135 \pm 0,389$  mg/Kg. Pada lokasi 3 dengan sampel ikan mujair, ikan keteng dan ketam sebesar  $16,562 \pm 0,793$ ;  $19,554 \pm 2,679$ ; dan  $19,347 \pm 3,056$  mg/Kg. Hasil korelasi menunjukkan hubungan korelasi yang linier bahwa peningkatan kadar logam Pb air akan diikuti dengan peningkatan logam Pb dalam tubuh biota. Meningkatnya kadar logam diikuti dengan menurunnya parameter pendukung yaitu pH dan DO.

## ABSTRACT

Ulfah, S.S. 2022. **Determination of Lead Heavy Metal (Pb) Levels in Water and Biota in the Waters of the Porong River Using Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)**. Thesis. Chemistry Study Program, Faculty of Science and Technology, Maulana Malik Ibrahim State Islamic University Malang. Supervisor I: Diana Candra Dewi, M.Si; Supervisor II: Oky Bagas Prasetyo, M.Pd.I.

---

**Keywords:** Water river, River biota, Lead (Pb), and AAS

The Porong River is a part of the Brantas river, which originates from Mojokerto end in Java Strait. The Porong River is used as a dumping ground for Lapindo mud. This study aimed to determine the levels of the heavy metal lead in the waters and biota of the Porong river, and to determine the correlation of lead levels with Porong river biota. The method used was closed wet digestion using reflux. Water samples were digested using  $\text{HNO}_3$  at 60-70 °C for 3 hours then tested using AAS and the results of lead content were analyzed using one way ANOVA. Meanwhile, the river biota samples were digested using  $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2$  (1:1) at 100 °C for 3 hours then tested using AAS and the results of lead metal content were analyzed using two way ANOVA and a correlation coefficient test was carried out between water lead heavy metal content with river biota. The results of lead content in Porong river water for each sample at location 1, location 2 and location 3 were  $0.367\pm 0.037$ ;  $0.204\pm 0.033$ ; and  $0.562\pm 0.014$  mg/L. Respectively meanwhile, the levels of lead metal in the biota of the Porong river at location 1 with tilapia fish, keting fish and crab samples were  $9.550\pm 1.052$ ;  $16.511\pm 3.246$ ; and  $16.769\pm 1.476$  mg/Kg. Location 2 with samples of tilapia fish, keting fish and crabs of  $1.917\pm 0.309$ ;  $3.103\pm 0.585$ ; and  $4.135\pm 0.389$  mg/Kg. and at location 3 with samples of tilapia fish, keting fish and crabs of  $16.562\pm 0.793$ ;  $19.554\pm 2.679$ ; and  $19.347\pm 3.056$  mg/Kg. The correlation results showed a linear correlation that between the increasing of Pb level in water with the increasing in Pb level in biota. The higher of Pb level in the water was the lower of supporting parameter, namely pH and DO.



## مستخلص البحث

ألفة، س. س. ٢٠٢٢. تحديد مستوى الرصاص (Pb) للمعادن الثقيلة في المياه والكائنات الحية في مياه نهر فورونج باستخدام التحليل الطيفي للامتصاص الذري (SSA). البحث الجامعي. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: ديانا جانديرا ديوي، الماجستير. المشرف الثاني: أوكي باغاس براسيتيو، الماجستير.

### الكلمات الرئيسية: نهر والكائنات الحية، الرصاص (Pb)، SSA

نهر فورونج هو قناة نهر برانتاس يتدفق في مدينة موجوكرطا في مضيق جاوى. استفاد المجتمع المحيط منه، بصرف النظر عن كونه مكبا لحمأة لايندو، كحاجة إلى الصناعات المنزلية وغير المنزلية ومصايد الأسماك والعديد من الصناعات. يهدف هذا البحث إلى تحديد مستوى معدن الرصاص الثقيل في المياه والكائنات الحية في نهر فورونج. بالإضافة إلى ذلك، لتحديد ارتباط مستوى الرصاص والمعادن الثقيلة (Pb) مع الكائنات الحية في نهر فورونج. تم استخدام طريقة الهضم الرطب المغلق من خلال الارتجاع مع العامل المؤكسد  $HNO_3$  على عينة الماء وتم إتلاف  $HNO_3: H_2O_2$  (1: 1) عند درجة حرارة ١٠٠ درجة مئوية لمدة ٣ ساعات ثم تم اختبارها باستخدام SSA. سيتم تحليل نتائج مستوى الرصاص للمعادن الثقيلة في المياه من خلال اختبار ANOVA أحادي الاتجاه وسيتم تحليل نتائج مستوى الرصاص للمعادن الثقيلة في الكائنات الحية في نهر فورونج باستخدام اختبار ANOVA ثنائي الاتجاه. اختبار معامل الارتباط بين مستوى الرصاص للمعادن الثقيلة في المياه والكائنات الحية. النتائج التي تم الحصول عليها لمستوى الرصاص في مياه نهر فورونج في كل عينة في الموقع الأول والموقع الثاني والموقع الثالث من  $0.037 \pm 0.003$ ؛  $0.024 \pm 0.003$ ؛ و  $0.056 \pm 0.001$  ملغم/لتر. وفي الوقت نفسه، كانت مستوى الرصاص في الكائنات الحية في نهر فورونج في الموقع الأول مع عينات من أسماك الحجر والكتينغ والكتيتام  $1.052 \pm 9.050$ ؛  $3.249 \pm 16.011$  و  $1.476 \pm 16.769$  ملغم / كغم. في الموقع الثاني مع عينات من أسماك الحجر والكتينغ والكتيتام  $0.309 \pm 1.917$ ؛  $0.585 \pm 3.103$  و  $0.389 \pm 4.135$  ملغم / كغم. وموقع ثالث مع عينات من أسماك الحجر والكتينغ والكتيتام  $0.793 \pm 0.004$ ؛  $2.679 \pm 19.054$  و  $3.056 \pm 19.347$  ملغم / كغم. أشارت نتائج الارتباط إلى علاقة خطي، حيث كانت الزيادة في مستوى الرصاص للمعادن الثقيلة في الماء ستتبعها زيادة في المعادن الثقيلة في جسم الأسماك والكائنات الحية الأخرى. اتبع الزيادة في مستوى الرصاص انخفاض معلمات الدعم، وهي الرقم الهيدروجيني و أكسجين ذائب.

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Sungai Porong merupakan sungai terusan dari sungai Brantas yang berhulu di kota Mojokerto dan bermuara di Selat Jawa. Sungai Porong adalah bagian dari sungai Brantas yang mempunyai fungsi sebagai tempat pembuangan luapan lumpur lapindo menuju ke laut (Nurry & Anjasmara, 2014). Lumpur lapindo mengandung seperti natrium, magnesium, aluminium, klorin, kalium, kalsium, besi, tembaga, kadmium dan timbal. Beberapa unsur logam berat dalam kandungan lumpur lapindo merupakan unsur esensial yang dibutuhkan oleh makhluk hidup. Namun, beberapa unsur yang terkandung mempunyai kadar tertentu yang bersifat sebagai racun (Putri, dkk., 2019).

Allah SWT. berfirman dalam al-Qur'an surah Ibrahim ayat 32:

اللَّهُ الَّذِي خَلَقَ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضَ وَأَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً فَأَخْرَجَ بِهِ مِنَ الثَّمَرَاتِ رِزْقًا لَكُمْ ۗ وَسَخَّرَ لَكُمْ الْفُلْكَ لِتَجْرِيَ فِي الْبَحْرِ بِأَمْرِهِ ۗ وَسَخَّرَ لَكُمْ الْأَنْهَارَ

Artinya: "Allah-lah yang telah menciptakan langit dan bumi dan menurunkan air (hujan) dari langit, kemudian dengan (air hujan) itu Dia mengeluarkan berbagai buah-buahan sebagai rezeki untukmu; dan Dia telah menundukkan kapal bagimu agar berlayar di lautan dengan kehendak-Nya, dan Dia telah menundukkan sungai-sungai bagimu." (QS. Ibrahim 14: Ayat 32).

Tafsir al-Mishbah menjelaskan bahwa air sungai melimpah, kelimpahannya memberikan kebajikan dengan membawa apa yang terkandung di dalamnya berupa ikan, rumput-rumputan dan manfaat-manfaat lainnya. Semua untuk manusia dan untuk apa yang dipelihara dan digunakan manusia, yaitu sebagai sebangsa burung dan hewan-hewan lainnya (Shihab, 2002). Allah

SWT telah menganugerahkan kepada manusia berupa air, dimana air sebagai sumber kehidupan telah ditegaskan dalam al-Qur'an surah al-Anbiya' ayat 30:

وَجَعَلْنَا مِنَ الْمَاءِ كُلَّ شَيْءٍ حَيٍّ أَفَلَا يُؤْمِنُونَ

Artinya: "dan Kami jadikan segala sesuatu yang hidup berasal dari air; maka mengapa mereka tidak beriman?" (QS. al-Anbiya' 21: ayat 30)

Sebagai makhluk-Nya seharusnya mampu menjaga nikmat yang diberikan Allah SWT berupa air. Tafsir al-Mishbah menjelaskan bahwa air adalah unsur penting agar makhluk dapat hidup dan menjaga kelangsungan hidupnya. Serta air merupakan kekayaan paling berharga dan warisan penting, Allah SWT memberikan nikmat air secara gratis, namun tidak dipergunakan dan dimanfaatkan dengan baik oleh manusia. Sehingga, sebagai makhluk-Nya mampu menjaga nikmat air tersebut dengan tidak mencemarinya (Shihab, 2002).

Peningkatan kadar logam berat di sungai Porong juga disebabkan oleh pengaruh lingkungan seperti suhu, pH, dan *dissolved oxygen* (DO). Hal ini dikarenakan pH mempengaruhi tingkat kesuburan perairan yang memiliki pengaruh terhadap kehidupan jasad renik, rendahnya nilai pH suatu perairan akan meningkatkan konsentrasi logam berat (Sarjono, 2009). Selain itu, suhu yang meningkat dapat menyebabkan penurunan daya larut oksigen terlarut sehingga akan menaikkan kadar toksisitas bahan-bahan tertentu seperti logam dalam air (Apriadi, 2005). Dalam lingkungan perairan, besar atau kecilnya pengaruh lingkungan mempunyai pengaruh yang cukup besar terhadap konsentrasi logam dalam perairan.

Meningkatnya kadar logam di sungai Porong khususnya logam timbal yang disebabkan oleh lumpur lapindo serta pengaruh lingkungan dapat diketahui

dengan mengukur kadar logam berat. Pengukuran kadar logam berat dapat dilakukan dengan menggunakan metode *atomic absorption spectroscopy* (AAS), *atomic emission spectroscopy* (AES), *inductively coupled plasma spectrometry* (ICP-S), dan *inductively coupled plasma mass spectrometry* (ICP-MS) (Kartikasari & Utami, 2018). Metode AAS merupakan instrumen yang digunakan dalam suatu analisis penentuan unsur logam berdasarkan serapan cahaya dengan panjang gelombang tertentu (Skoog, dkk, 2004).

Pencemaran logam timbal di air dapat menurunkan kualitas serta fungsi dari perairan, karena logam sulit di degradasi dan terakumulasi dalam lingkungan perairan serta secara alami sulit dihilangkan. Berdasarkan penelitian Sari, dkk. (2017) yang telah meneliti logam timbal di perairan sungai Porong dan diperoleh bahwa kadar logam timbal melebihi ambang batas sekitar 0,382-0,441 mg/Kg. Besarnya kadar logam timbal dikarenakan perairan sungai Porong mengandung logam timbal yang tersebar hingga pantai timur Sidoarjo (Purnomo & Rachmadiarti, 2018).

Logam timbal di perairan dapat mengganggu kehidupan biota air dan terakumulasi dalam jaringan tubuh. Logam berat dalam biota air dapat dideteksi menggunakan ikan dan ketam. Ikan salah satu biota air yang digunakan indikator pencemaran, karena ikan merupakan hewan yang keberadaannya berhubungan dengan kondisi lingkungan sehingga dapat digunakan sebagai penunjuk kualitas lingkungan (Yudha, 2009; Azwan, dkk., 2011). Selain itu, ketam merupakan salah satu jenis *crustacea* yang mampu mengakumulasi logam berat didalam tubuhnya, dan dijadikan sebagai bioindikator perairan karena mampu mengakumulasi logam berat dibanding biota lainnya (Sandro, dkk., 2013).

Penentuan kadar logam timbal perlu dilakukan variasi yang bertujuan untuk mengoptimalkan hasil kadar logam timbal. Variasi kadar logam timbal dilakukan dengan menggunakan destruksi basah tertutup menggunakan refluks. Penggunaan destruksi basah tertutup dengan refluks meminimalisir kehilangan analit ketika proses destruksi, sehingga dapat memaksimalkan proses destruksi (Hidayat, 2015). Selain destruksi basah tertutup menggunakan refluks, variasi pelarut dapat mempengaruhi kadar logam timbal dan %*recovery* yaitu penggunaan HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Berdasarkan penelitian Sidjabat, dkk. (2020) menggunakan HNO<sub>3</sub> untuk mendestruksi air sungai, dan sampel biota menggunakan HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dengan perbandingan 1:1 menghasilkan rata-rata konsentrasi Pb sebesar  $9.000 \pm 3.225$  mg/Kg dan menghasilkan %*recovery* yang sangat tinggi (Demirel, dkk., 2008; Hassan, dkk., 2015).

Oleh karena itu, penelitian ini akan dilakukan dengan menentukan kadar logam timbal pada air dan biota air di sungai Porong dengan destruksi basah tertutup menggunakan refluks dengan variasi pelarut HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> perbandingan 1:1 untuk mengetahui konsentrasi timbal ditentukan dengan AAS dan dianalisa menggunakan uji ANOVA serta mengetahui korelasi antara kadar logam timbal pada air dan biota dengan parameter pendukung.

## **1.2 Rumusan Masalah**

Berdasarkan latar belakang yang telah dijelaskan, maka rumusan masalah dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Berapakah kadar logam timbal (Pb) pada air dan biota di sungai Porong?

- b. Bagaimana korelasi logam berat Pb pada air dan biota dengan parameter pendukung pH dan DO?

### **1.3 Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) pada air dan biota di sungai Porong.
- b. Untuk mengetahui korelasi logam berat Pb pada air dan biota dengan parameter pendukung pH dan DO.

### **1.4 Batasan Masalah**

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Sampel yang digunakan adalah air dan biota yang diambil di sungai Porong dengan lokasi di Besuki (Porong), Permisan (Jabon) dan Tlocor (Jabon).
- b. Biota perairan yang digunakan adalah ikan mujair, ikan keting dan ketam.
- c. Parameter pendukung yang digunakan adalah pH dan DO pada air.
- d. Destruksi yang digunakan merupakan destruksi basah tertutup menggunakan refluks.
- e. Menggunakan alat SSA varian *spectra* AA 240.

### **1.5 Manfaat**

Adapun manfaat dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

- a. Sebagai sarana untuk mengembangkan pengetahuan dan pemahaman penulis dalam menganalisis kadar timbal (Pb) serta memberikan informasi

tentang bahaya logam berat yang mencemari perairan dan biota sungai Porong.

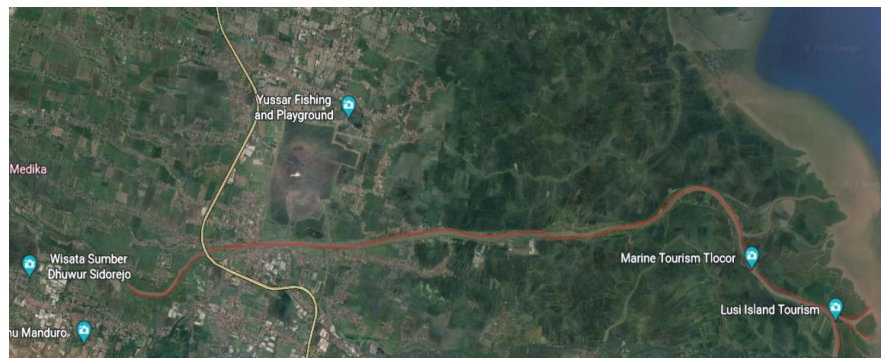
- b. Sebagai masukan untuk masyarakat atau pihak yang terkait akan kualitas dari sungai Porong sehingga dapat menjaga kelestarian sungai Porong dengan baik.

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Karakteristik Umum Sungai Porong

Sungai Porong adalah sungai terusan dari sungai Brantas yang berhulu di kota Mojokerto dan mengalir ke arah timur dan bermuara di selat Jawa. Sungai Porong membatasi antara kabupaten Sidoarjo dan kabupaten Pasuruan. Nama sungai Porong diambil dari nama kecamatan yang terletak di ujung selatan kota Sidoarjo. Secara geografis sungai Porong terletak antara 112,5–112,9° BT dan 7,3–7,5° LS. Kondisi geologi lembah sungai Porong berisi *piedmonte* batu karang vulkanis seperti: *grumosol*, *latasol*, *mediteran*, dan *alluvial*. Kondisi dasar sungai Porong tidak beraturan tanpa batu besar dan beluka, peta sungai Porong ditunjukkan pada Gambar 2.1 (BPLS, 2011).



Gambar 2.1 Peta sungai Porong (Sumber: *Google earth*)

Sungai Porong merupakan salah satu sungai penting di kabupaten Sidoarjo. melewati kecamatan Porong dan Jabon. Panjang sungai Porong adalah 47 Km dengan lebar permukaan 15 m dan kedalaman 7 m. Sungai Porong melewati kecamatan Porong, Gempol, dan Jabon. Pemanfaatan sungai Porong



sebagai tempat pembuangan Lumpur Sidoarjo menuju ke laut selain sebagai *floodway* sungai Porong juga berfungsi sebagai saluran yang mengalirkan endapan lumpur ke muara yang berada di kecamatan Porong (BPLS, 2011).

Berdasarkan Purnomo (2014), mengenai kadar timbal disekar hilir sungai Porong diperoleh bahwa konsentrasi timbal dalam air berkisar antara 0,013-0,074 ppm. Sungai Porong juga dikelilingi daerah perkebunan dan dekat dengan pemukiman penduduk yang berada di kecamatan Jabon, berdasarkan Saleh, dkk. (2019) kandungan rata-rata timbal dalam air adalah 0,217-0,323 ppm melebihi standar kualitas ambang batas (0,005 ppm), dan pada daerah muara dijadikan pariwisata yang terletak di muara sungai. Menurut Sari, dkk. (2017) konsentrasi logam Pb pada air di dekat muara sungai Porong pada 3 titik berturut-turut yaitu 0,382; 0,383; dan 0,441 mg/L.

## **2.2 Biota Air**

### **2.2.1 Ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*)**

Ikan mujair adalah jenis ikan air tawar, yang mempunyai bentuk badan pipih dengan warna abu-abu, coklat atau hitam. Ikan mujair berasal dari perairan Afrika dan pertama kali di Indonesia ditemukan di muara sungai Serang pantai selatan Blitar Jawa Timur pada tahun 1939 oleh bapak mujair. Morfologi ikan mujair ditunjukkan pada Gambar 2.2, ikan mujair memiliki toleransi yang besar terhadap kadar garam atau salinitas, sehingga dapat hidup di air payau. Ikan mujair memiliki jenis ikan yang kecepatan pertumbuhan yang relatif lebih cepat, tetapi setelah dewasa percepatan pertumbuhannya akan menurun. Panjang total maksimum ikan mujair adalah 40 cm. Berikut merupakan klasifikasi ikan mujair (Muhakik Atamtajani & Rizki Amelia, 2019):

Kingdom : *Animalia*  
Filum : *Chordata*  
Kelas : *Actinopterygii*  
Ordo : *Perciformes*  
Famili : *Cichlidae*  
Genus : *Oreochromis*  
Spesies : *Oreochromis mossambicus*

Ikan mujair (*Oreochromis mossambicus*) memiliki ukuran sedang. Dengan sirip punggungnya (dorsal) memiliki 15-17 duri dan 10-13 jari-jari dan sirip dengan 3 duri serta 9-12 jari-jari (Muhakik Atamtajani & Rizki Amelia, 2019). Ikan Mujair merupakan ikan yang hidup berkelompok dan mempunyai wilayah teritorial. Ikan mujair jantan umumnya menunjukkan ancaman terhadap wilayah kekuasaannya. Ikan mujair dapat beradaptasi pada berbagai habitat dan sering dianggap sebagai ikan yang memiliki tingkat sebaran tinggi di dunia. Ikan betina memiliki tanggung jawab melindungi anak ikan dari bahaya, dan ikan jantan menjaga tempat bersarang (Mook, 1983).



Gambar 2.2 Ikan mujair (*Oreochromis mossambicus*) (Muhakik Atamtajani & Rizki Amelia, 2019)

Pencemaran logam timbal pada ikan mujair telah melebihi ambang batas yang telah ditentukan oleh SNI 7387:2009 yaitu sebesar 0,3 mg/Kg. Penelitian mengenai kadar logam berat pada ikan mujair telah banyak dilakukan, berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Afrizki (2018) mengenai kadar logam

timbangan pada ikan mujair di sungai Lesti pada 7 titik diperoleh bahwa kadar logam timbal dari rentang 1,173-2,901 mg/Kg.

### 2.2.2 Ikan Keting (*Mystus nigriceps*)

Ikan keting (*Mystus nigriceps*) merupakan ikan jenis air tawar yang dapat bertahan dalam kondisi lingkungan perairan yang tercemar dengan kadar oksigen yang rendah dan kekeruhan yang tinggi tanpa mengalami kematian (Chauro Aina, dkk., 2017). Secara morfologi ikan keting adalah ikan bersungut dengan sungut lebih panjang dari kepala serta badan yang halus serta ukuran dapat mencapai 1 meter. Mempunyai mata yang tidak tertutup oleh kulit (Sannin, 1984, Murdy, dkk., 1994). Morfologi ikan keting ditunjukkan pada Gambar 2.3. Ikan keting mempunyai bentuk tubuh kombinasi dengan kepala yang berbentuk *dorsoventral*, badan *dorsolateral* dan posisi mulut subterminal. Ikan keting tidak mempunyai sisik, namun mempunyai 4 pasang sungut, diantaranya sepasang sungut memanjang hingga ujung *caudal fin* dan satu pasang sungut lebih pendek pada rahang atas, dua pasang sungut yang terletak di rahang bawah. Klasifikasi ikan keting sebagai berikut:

Ordo : *Siluriformes*  
Sub Ordo : *Siluroide*  
Genus : *Mystus*  
Spesies : *Mystus nigriceps*  
Nama Lokal : Keting atau Landu

Ikan keting berwarna abu-abu kehijau-hijauan dimana pada bagian *ventral* berwarna putih kusam (Hee, 2002). Memiliki berat badan sekitar 30,9–142,5 g dengan panjang total 335 mm (Murdy, dkk., 1994) atau sekitar 16,3–20,7 cm untuk ukuran standar. Ikan keting mempunyai ciri khusus yaitu sirip lemak

(*adipose fin*) yang lebih panjang dari sirip dubur dengan tinggi maksimal 4,1–6,0 cm dan ini yang membedakannya dengan *Mystus* yang lain *Adipose fin* ini bersambung dengan dorsal fin (Hee, 2002).



Gambar 2.3 Ikan keting (*Mystus nigriceps*) (Simangunsong & Elvyra, 2020)

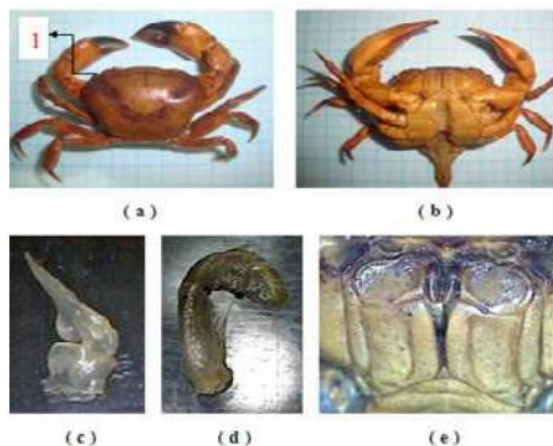
Kandungan logam timbal dalam tubuh ikan keting telah melebihi ambang batas yang telah ditentukan oleh SNI 7387:2009 yaitu sebesar 0,3 mg/Kg. Hasil uji kandungan logam berat timbal pada daging ikan keting (*Mystus nigriceps*) telah dilakukan di perairan sungai Silugonggo menunjukkan bahwa setiap titik pada masing-masing stasiun memiliki rerata yang berbeda. Kandungan logam berat timbal yang terakumulasi pada ikan pada stasiun pertama titik satu sebesar 0,550 ppm, stasiun pertama titik dua 0,497 ppm, stasiun kedua titik satu 0,725 ppm, stasiun kedua titik dua sebesar 0,630 ppm, stasiun ketiga titik satu sebesar 0,535 ppm dan stasiun ketiga titik dua sebesar 0,613 ppm (Chauro Aina, dkk., 2017).

### 2.2.3 Ketam

Ketam di sungai Porong memiliki banyak jenis salah satunya yaitu ketam jenis *Parathelphusa convexa* merupakan jenis kepiting air tawar yang biasa

disebut “yuyu atau ketam” oleh warga sekitar. Pada siang hari *Parathelphusa convexa* dapat dengan mudah dijumpai. Morfologi ketam ditunjukkan pada Gambar 2.4. Maksiliped ketiganya tertutup rapat tanpa ada celah. Abdomen (perut) pada individu jantan berbentuk seperti huruf T. *Mandibular palp* berbentuk *bilobus* dan pada bagian *ambulatory meri* terdapat duri. Pleopod jantan berbentuk meruncing dengan tekstur kenyal. *Parathelphusa convexa* mempunyai substrat yang beragam dari bebatuan, pasir hingga lumpur (Eprilurahman, dkk., 2015). Klasifikasi *Parathelphusa convexa* sebagai berikut (Bott, 1970):

Kingdom : *Animalia*  
 Filum : *Arthropoda*  
 Kelas : *Crustacea*  
 Ordo : *Decapoda*  
 Famili : *Cichlidae*  
 Genus : *Parathelphusa*  
 Spesies : *Parathelphusa convexa*



Gambar 2.4 *Parathelphusa convexa*: (a) bagian dorsal, (b) bagian ventral, (c) pleopod pertama jantan, (d) mandibular palp, (e) maksiliped ketiga (Eprilurahman, dkk., 2015)

Kandungan logam berat timbal pada kepiting telah melebihi ambang batas yang telah ditentukan oleh SNI 7380:2009 yaitu 0,5 mg/Kg. Berdasarkan

penelitian yang telah dilakukan Latif, dkk. (2021) mengenai kadar logam timbal pada kepiting rajungan di beberapa titik dan diperoleh bahwa pada titik 1 yaitu 3.182 mg/Kg dan titik 2 yaitu 4.781 mg/Kg. Angka yang diperoleh menunjukkan bahwa kandungan Pb sudah melewati ambang batas sesuai yang telah ditetapkan.

### **2.3 Parameter Kualitas Air**

Kualitas air di perairan dapat ditentukan menggunakan parameter pendukung seperti pH dan DO. pH dapat diukur berdasarkan jumlah ion hidrogen dengan rumus  $\text{pH} = -\log (\text{H}^+)$ . Air murni dengan kandungan ion  $\text{H}^+$  dan  $\text{OH}^-$  dalam jumlah seimbang akan menghasilkan pH 7 netral. Apabila jumlah kandungan  $\text{OH}^-$  dalam air makin banyak, maka nilai pH air tersebut juga akan tinggi (Andayani, 2005). Tingkat toksisitas suatu senyawa kimia dalam air salah satunya juga dipengaruhi oleh pH. Apabila pada pH rendah maka tingkat toksisitas logam berat dalam air akan tinggi, begitu pula sebaliknya apabila nilai pH tinggi maka tingkat toksisitas logam berat dalam air akan turun. Selain itu rendahnya nilai pH suatu perairan juga akan meningkatkan konsentrasi logam berat (Sarjono, 2009).

Selain itu, DO banyak dibutuhkan oleh mikroorganisme untuk mendegradasi senyawa organik dalam air. Menurut Effendi (2003) bahwa secara biologis maupun kimiawi tinggi dan rendahnya nilai DO sangat berpengaruh dalam kualitas perairan. Apabila nilai DO rendah, maka tingkat pencemaran dalam suatu perairan tersebut secara biologis maupun kimiawi cukup tinggi. Kadar oksigen terlarut berpengaruh pada organisme akuatik untuk hidup. Adanya logam pencemar yang berlebihan dalam suatu perairan dapat mempengaruhi sistem pernafasan organisme air, maka dapat dikatakan bahwa rendahnya kadar

oksigen terlarut dalam air berbanding terbalik dengan konsentrasi logam pencemar.

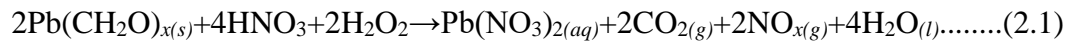
## **2.4 Analisis Timbal dengan SSA**

### **2.4.1 Destruksi Basah Tertutup**

Penentuan kadar logam timbal dapat dilakukan dengan cara destruksi basah tertutup yang merupakan proses destruksi dengan cara mereaksikan sampel dan reagen asam menggunakan wadah yang tertutup sehingga lebih aman dari adanya penguapan dan pemuaihan bahan (Namik, dkk., 2006). Destruksi basah tertutup dapat dilakukan menggunakan refluks, dengan prinsip yaitu pelarut volatil yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi, namun akan didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut akan mengembun pada kondensor dan turun lagi ke dalam wadah reaksi sehingga pelarut akan tetap ada selama reaksi berlangsung (Kalaskar, 2012).

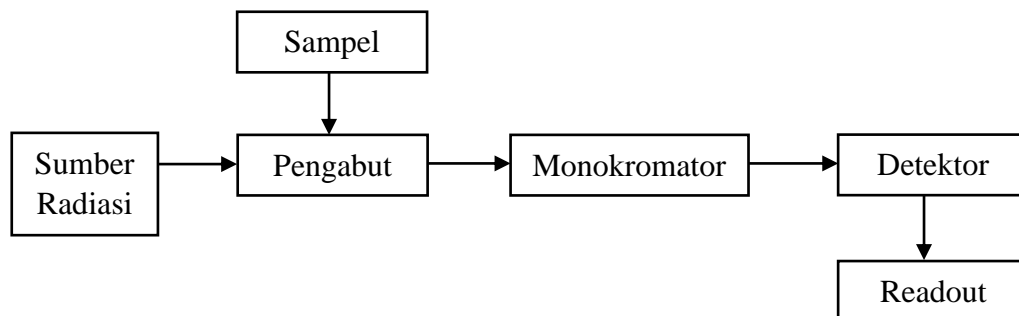
Proses destruksi membutuhkan pelarut berupa zat pendestruksi campuran atau tunggal. Asam nitrat sering digunakan sebagai zat pendestruksi karena termasuk asam kuat. Penggunaan zat pendestruksi tunggal ini dikarenakan zat pendestruksi yang baik yaitu menggunakan zat pendestruksi tunggal. Hasil penelitian Amaral, dkk. (2016) dengan variasi zat pendestruksi  $\text{HNO}_3$  yang dapat mendestruksi dengan baik. Selain itu, beberapa larutan yang biasa digunakan dalam destruksi basah dan dapat melarutkan logam antara lain aqua regia yang terdiri dari campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HCl}$  dengan kemampuan oksidasi yang tinggi, asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) yang sering digunakan untuk melarutkan unsur logam umum, asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) yang biasa digunakan untuk melarutkan logam dan senyawa organik, dan asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) yang merupakan agen pengoksidasi dan

pelarut yang baik pada logam dan baja (Patnaik, 2004). Menurut Rifqi, dkk. (2015), reaksi yang terjadi pada senyawa organik dengan adanya penambahan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  ditunjukkan pada persamaan 2.1.



#### 2.4.2 Pengukuran dengan SSA

SSA adalah suatu metode yang digunakan untuk menganalisis atau menentukan unsur-unsur dalam suatu sampel yang berbentuk larutan. Prinsip dasar dari SSA adalah adanya interaksi antara radiasi elektromagnetik dengan sampel. Teknik SSA berdasarkan pada emisi dan absorpsi dari uap atom. Secara umum, metode SSA didasarkan pada absorpsi cahaya oleh atom di mana atom akan menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan sifat dari unsur (Khopkar, 2010). Instrumen SSA di tunjukkan pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Instrumen SSA (Settle, 1997)

Cara kerja dari SSA adalah ketika suatu cuplikan atau larutan sampel dipanaskan pada bagian nyala yang terdapat pada SSA, maka akan terjadi proses penguapan dari pelarutnya. Terjadinya penguapan tersebut menandakan bahwa terjadi penguraian senyawa atau molekul menjadi unsur-unsur penyusun. Unsur-



unsur tersebut akan menyerap radiasi monokromatis yang bersumber dari lampu katoda berongga atau sumber radiasi yang khas untuk tiap unsur. Pada keadaan ini, unsur dapat menyerap radiasi monokromatis dari lampu katoda berongga apabila lampu yang digunakan tersebut sesuai dengan unsur sedang dianalisis, sehingga unsur-unsur tertentu dapat dianalisis berdasarkan hukum Lambert-Beer. Hukum Lambert-Beer ini menyatakan bahwa absorbansi sebanding dengan nilai absorpsivitas molar ( $a$ ), tinggi pembakar ( $b$ ) dan konsentrasi atom yang mengabsorpsi sinar ( $c$ ). Persamaan hukum Lambert-Beer ditampilkan pada persamaan 2.2 (Day dan Underwood, 1989).

$$A = a.b.c.....(2.2)$$

Berdasarkan dari hukum tersebut, maka dapat ditentukan konsentrasi kadar logam tertentu dari kurva kalibrasi yang telah dibuat dengan larutan standar dari logam yang sama (Wahidin, 2009).

## 2.5 Analisis ANOVA

ANOVA merupakan salah satu teknik analisis *multivariate* yang berfungsi untuk membedakan rerata lebih dari dua kelompok data dengan cara membandingkan variansinya (Ghozali, 2009). Analisis ANOVA terdapat dua varian yaitu analisis varian satu jalur (*one way ANOVA*) dan varian dua jalur (*two way ANOVA*). Analisis varian satu jalur merupakan teknik statistika parametrik yang digunakan untuk pengujian perbedaan beberapa kelompok rata-rata, di mana hanya terdapat satu variabel bebas atau independen yang dibagi dalam beberapa kelompok dan satu variabel terikat atau dependen. Dalam teknik ANOVA satu jalur biasanya digunakan dalam penelitian eksperimen atau pun *ex-post-facto*

(Agus, 2013). Sedangkan, *two way* ANOVA digunakan untuk menguji efek dari dua variabel *independent* (efek utama) pada variabel *dependent* yang sama dan juga memeriksa bagaimana variabel *independent* saling mempengaruhi satu sama lain pada variabel *dependent* (efek interaksi) (Martin & Bridgmon, 2012).

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian dilakukan pada bulan Juli-Oktober 2022 di Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### **3.2 Alat dan Bahan**

##### **3.2.1 Alat**

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah botol *polyethilen*, *ice box*, plastik ukuran 1 L, neraca analitik, pipet tetes, pipet volume, labu ukur, botol semprot, bola hisap, beaker glass, kertas saring *whatman* 42, kertas label, pH meter, termometer, seperangkat alat destruksi refluks, seperangkat alat instrumen SSA, mortar dan alu.

##### **3.2.2 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah air, ikan mujair, ikan keting, ketam, larutan  $\text{HNO}_3$  pekat 65%, larutan  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%, larutan standar timbal (Pb),  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , NaOH, NaI, amilum,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat dan aquades.

#### **3.3 Rancangan Penelitian**

Jenis penelitian ini merupakan penelitian lapangan menggunakan sampel air serta biota yang ada didalamnya yang diambil dari perairan sungai Porong

dengan metode *purposive sampling*. Biota yang digunakan yaitu ikan mujair, ikan keting, dan ketam. Tahapan penelitian yang dilakukan diawali dengan pengambilan sampel, selanjutnya dilakukan analisis parameter umum. Kemudian, dilakukan penentuan kadar logam Pb menggunakan destruksi basah tertutup dengan refluks. Langkah terakhir yaitu analisis logam timbal instrumen SSA pada panjang gelombang 283,3 nm. Dalam penentuan kadar Pb dilakukan dengan uji *one way ANOVA* untuk sampel air dan *two way ANOVA* untuk sampel jenis biota serta dilakukan uji korelasi antara kadar logam Pb di lingkungan dan biotanya.

### **3.4 Tahapan Penelitian**

Tahapan Penelitian yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi:

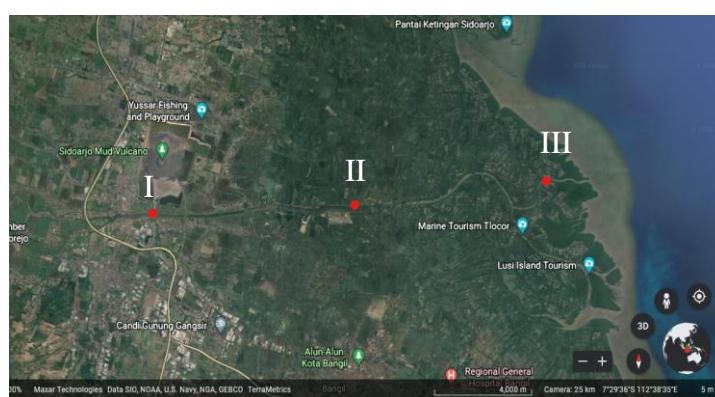
- a. Pengambilan sampel
- b. Pengukuran parameter air
- c. Destruksi sampel
- d. Analisis data

### **3.5 Pelaksanaan Penelitian**

#### **3.5.1 Penentuan Lokasi Pengambilan Sampel**


Penentuan lokasi pengambilan sampel dilakukan dengan metode *purposive sampling*, dimana pengambilan dilakukan dari hulu sampai hilir atau muara sehingga memuat panjang dari sungai Porong sebesar 480 km<sup>2</sup>. Deskripsi lokasi pengambilan ditunjukkan pada Tabel 3.1, lokasi I berada di Besuki, Porong dengan tujuan mengetahui kondisi air dan biota di daerah tempat pembuangan lumpur lapindo. Lokasi II berada di Permisian, Jabon dengan tujuan mengetahui

kondisi air dan biota di daerah pertanian dan perikanan. Dan lokasi III berada di Tlocor, Jabon dengan tujuan mengetahui kondisi air dan biota di daerah muara yang padat penduduk dan industri. Lokasi pengambilan sampel ditunjukkan pada Gambar 3.1. Pada lokasi I yaitu Besuki, Porong dengan lokasi II yaitu Pемisan, Jabon memiliki jarak 15 km, sedangkan dari lokasi pengambilan sampel II dengan lokasi pengambilan sampel III yaitu Tlocor, Jabon memiliki jarak 15 km.



Gambar 3.1 Titik pengambilan sampel (Sumber: *Google Earth*)

Tabel 3.1 Deskripsi lokasi pengambilan sampel

No	Lokasi	Keterangan
1		Lokasi: Besuki, Porong Panjang sungai: 15 Km Deskripsi: dekat pembuangan limbah lumpur lapindo
2		Lokasi: Pемisan, Jabon Panjang sungai: 15 Km Deskripsi: daerah pertanian dan perkebunan
3		Lokasi: Tlocor, Jabon Panjang sungai: 20 Km Deskripsi: daerah pariwisata dan daerah hilir

### **3.5.2 Pengambilan Sampel**

#### **3.5.2.1 Pengambilan Sampel Air**

Pengambilan sampel pada air sungai diambil dengan cara pengambilan sampel sesaat (*grab sample*). Sampel sesaat atau *grab sample* yaitu sampel yang diambil secara langsung dari badan air yang sedang dipantau, sampel ini hanya menggambarkan karakteristik air pada saat pengambilan sampel (Effendi, 2003). Pengambilan sampel air diawali dengan botol *polyetilen* dipreparasi menggunakan  $\text{HNO}_3$  10%, kemudian botol *polyetilen* dimasukkan kedalam perairan  $\pm 50$  cm dengan ketentuan semua bagian botol terendam air dan dalam keadaan tertutup kemudian dibuka tutup botol di dalam perairan dan diisi dengan air sampel hingga penuh, lalu ditutup botol *polyetilen* di dalam perairan. Dilakukan pengulangan pengambilan sampel selanjutnya pada hari setelahnya dan di jam yang sama. Selanjutnya botol diberi label pada setiap pengulangan dan titik pengambilan (Ramdani, Achmad 2014).

#### **3.5.2.2 Pengambilan Sampel Biota**

Pengambilan sampel biota air dilakukan dengan penentuan atas dasar pertimbangan bahwa sampel yang diambil dapat mewakili populasi (Sudjana, 2009). Masing-masing biota diambil dengan ukuran ( $\pm 15$  cm) pada ikan mujair dan ikan keting dan ketam diambil dengan ukuran 5-10 cm, kemudian sampel dimasukkan ke dalam plastik berukuran 1 L dan dimasukkan ke dalam *ice box* (SNI 03-7016, 2004).

### **3.5.3 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel**

#### **3.5.3.1 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel Air**

Sampel air dimasukkan ke dalam botol *polyethilen* dan diawetkan terlebih dahulu menggunakan HNO<sub>3</sub> pekat dimana, 1 L air = 1,5 mL HNO<sub>3</sub> 65% sampai pH < 2, HNO<sub>3</sub> digunakan untuk mencegah pengendapan logam dan pH < 2 menjaga kandungan logam agar tidak berubah, kemudian sampel di saring menggunakan kertas saring. Sedangkan sampel untuk pengujian DO tidak dilakukan pengawetan (Tefamariam, dkk., 2016).

#### **3.5.3.2 Pengawetan dan Penyimpanan Sampel Biota Air**

Sampel biota yang meliputi ikan mujair, ikan keting, dan ketam masing-masing dibersihkan menggunakan air mengalir kemudian di simpan dalam *ice box* dengan suhu 4°C. Lalu, diambil dagingnya dan dipotong-potong lalu dihaluskan menggunakan mortar dan alu (Razak & Masyitah, 2013).

### **3.5.4 Pengukuran Parameter Air**

Pengukuran parameter air dilakukan dengan dua cara secara langsung dan laboratorium. Pengukuran parameter meliputi pH, dan DO.

#### **3.5.4.1 pH**

Pengujian parameter fisika pada sampel air dilakukan secara *in situ* di masing-masing lokasi pengambilan sampel. Pengukuran pH menggunakan pH meter, dengan mengkalibrasikan ujung pH terlebih dahulu menggunakan aquades dan dibersihkan menggunakan tisu secara perlahan pada ujung pH meter yang telah dikalibrasi. Kemudian, dimasukkan pH meter kedalam sampel air dan

ditunggu beberapa menit sampai nilainya stabil, setelah stabil nilai pH dicatat dan diulangi sebanyak 3 kali (Ulfa, 2018).

#### **3.5.4.2 DO**

Analisis DO menggunakan metode *winkler* dengan prinsip titrasi iodometri, pada pengujian DO dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali. Berikut cara analisis DO (SNI 06-6989.14, 2004).

##### **3.5.4.2.1 Pembuatan Reagen Mangan Sulfat**

Ditimbang 400 gram  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  kemudian dilarutkan dengan aquabides kedalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas.

##### **3.5.4.2.2 Pembuatan Reagen Alkali Iodida Azida**

Ditimbang 500 gram NaOH dan 135 gram NaI. Kemudian dilarutkan dengan aquabides kedalam labu takar 1000 mL sampai tanda batas. Lalu, di tambahkan larutan 10 gram  $\text{NaN}_3$  dalam 40 mL air suling.

##### **3.5.4.2.3 Pembuatan Reagen Natrium Thiosulfat**

Ditimbang 6,205 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  dan dilarutkan dengan aquabides yang telah dididihkan (bebas oksigen), kemudian ditambahkan 0,4 gram NaOH dan diencerkan hingga 1000 mL.



#### 3.5.4.2.4 Pengujian DO

Diambil sampel yang sudah disiapkan. Kemudian, ditambahkan 1 mL  $\text{MnSO}_4$  dan 1 mL alkali iodida azida dengan ujung pipet tepat di atas permukaan larutan. Selanjutnya, ditutup segera dan dihomogenkan hingga terbentuk gumpalan sempurna. Lalu, dibiarkan gumpalan mengendap selama 5 menit sampai dengan 10 menit. kemudian, ditambahkan 1 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, ditutup dan dihomogenkan hingga endapan larut sempurna. Lalu, dipipet 50 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 150 mL. Terakhir dititrasi dengan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dengan indikator amilum/kanji sampai warna biru tepat hilang. Kemudian, dilakukan perhitungan DO dengan rumus pada persamaan 3.1 (SNI 06-6989.14, 2004).

$$\text{DO (mg/L)} = \frac{V \times N \times 8000 \times F}{50} \dots\dots\dots (3.1)$$

Dengan  $V$  merupakan volume  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ,  $N$  merupakan normalitas  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  dan  $F$  merupakan faktor dari volume botol dibagi volume botol dikurangi volume pereaksi  $\text{MnSO}_4$  dan alkali iodida azida.

#### 3.5.5 Pengaturan Alat SSA

Pengaturan alat ini meliputi panjang gelombang untuk logam timbal (Pb) sebesar 283,3 nm, laju alir asetilen 2,0 L/menit, laju alir udara 10,0 L/menit, lebar celah 0,5 nm, dan kuat arus pada 10 mA (Varian, 2010).

#### 3.5.6 Pembuatan Larutan Standar

Larutan standar timbal (Pb) 10 ppm dibuat dengan cara memindahkan 1 mL larutan baku sebanyak 1000 ppm kedalam labu ukur 100 mL kemudian

diencerkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M sampai tanda batas. Kemudian larutan standar timbal 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 dan 1,2 ppm dibuat dengan cara memindahkan 0, 1, 2, 3, 4 dan 6 mL larutan baku 10 ppm ke dalam labu ukur 50 mL kemudian diencerkan dengan  $\text{HNO}_3$  0,5 M sampai tandabatas. Selanjutnya, larutan standar Pb dianalisis dengan SSA varian *spectra* AA 240 (Dwantari & Wiyantoko, 2019).

### **3.5.7 Destruksi Sampel**

#### **3.5.7.1 Destruksi Sampel Air**

Sampel air diambil sebanyak 50 mL untuk di refluks, sampel dimasukkan ke dalam labu alas bulat 250 mL yang dilengkapi kondensor dan air. Kemudian ditambahkan 10 mL  $\text{HNO}_3$  65%, selanjutnya dipanaskan dengan suhu 60-70 °C sampai tiga jam diatas *hot plate* hingga mendidih sampai larutan berwarna jernih. Kemudian didinginkan dan disaring menggunakan kertas *whatman* 42. Kemudian, kadar timbal (Pb) dengan SSA dengan panjang gelombang 283,3 nm. Perlakuan ini dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga analisis ini dilakukan sebanyak 9 kali (Resti, 2016).

#### **3.5.7.2 Destruksi Sampel Biota Air**

Sampel biota diambil sebanyak 2 gram untuk ditimbang dan direfluks, sampel dimasukkan ke dalam labu alas bulat 250 mL yang dilengkapi kondensor dan air. Kemudian ditambahkan 10 mL  $\text{HNO}_3$  65% dan 10 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% (1:1), selanjutnya dipanaskan dengan suhu 100 °C sampai tiga jam diatas *hot plate* hingga mendidih sampai larutan berwarna jernih. Kemudian didinginkan dan disaring menggunakan kertas *whatman* 42. Setelah itu dimasukkan ke dalam labu takar 50 mL dan ditandabatkan menggunakan  $\text{HNO}_3$  0,5M. Kemudian, kadar

timbangan (Pb) dengan SSA dengan panjang gelombang 283,3 nm. Perlakuan ini dilakukan sebanyak 3 kali pada masing-masing sampel, sehingga analisis ini dilakukan sebanyak 9 kali (Resti, 2016).

### 3.5.8 Analisis ANOVA

Linearitas adalah *range* konsentrasi dalam analit tertentu pada sebuah grafik absorbansi ( $A$ ) terhadap konsentrasi ( $C$ ) dimana kenaikan dari absorbansi akan berbanding lurus dengan kenaikan dari konsentrasi dan ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi ( $R$ ) (Skoog, 1985). Uji linearitas diperoleh dari pengukuran kurva standar kalibrasi. Absorbansi yang diperoleh dari pengukuran menggunakan SSA yang kemudian diplotkan dalam persamaan 3.2 (Dewi, 2013).

$$y = ax + b \dots\dots\dots (3.2)$$

Dengan  $y$  merupakan absorbansi sampel,  $a$  merupakan kemiringan (*slope*),  $x$  merupakan konsentrasi sampel dan  $b$  merupakan perpotongan (*intersep*).

Berdasarkan persamaan linier yang diperoleh dari kurva standar kalibrasi, kadar logam dapat dihitung dengan rumus pada persamaan 3.3 (Emawati, dkk., 2015).

$$\text{Kadar Logam (mg/Kg)} = \frac{C \times V}{W} \dots\dots\dots (3.3)$$

Dengan  $C$  merupakan konsentrasi sampel (mg/L),  $V$  merupakan volume (L) dan  $W$  merupakan berat (Kg).

Pengujian ANOVA bertujuan untuk mengetahui adanya pengaruh lokasi pengambilan sampel terhadap konsentrasi timbal (Pb) terukur dengan kesimpulan sebagai berikut:

- a. Jika  $H_0$  ditolak maka ada pengaruh lokasi pengambilan sampel yang berbeda terhadap kadar timbal (Pb) pada air dan biota.
- b. Jika  $H_0$  diterima maka tidak ada pengaruh lokasi pengambilan sampel yang berbeda terhadap kadar timbal (Pb) pada air dan biota.

Pengaruh dari variasi titik sampling terhadap kadar timbal dalam air sungai Porong akan dilakukan pengujian menggunakan uji *one way* ANOVA dengan Rancangan Acak Lengkap (RAL) yang digunakan terdiri dari 1 faktor (faktor lokasi pengambilan sampel) dan 3 kali pengulangan sesuai dengan Tabel 3.2.

Tabel 3.2 Analisis sampel air

Lokasi Pengambilan (T)	Ulangan (U)		
	1	2	3
T1	T1 <sub>1</sub>	T1 <sub>2</sub>	T1 <sub>3</sub>
T2	T2 <sub>1</sub>	T2 <sub>2</sub>	T2 <sub>3</sub>
T3	T3 <sub>1</sub>	T3 <sub>2</sub>	T3 <sub>3</sub>

Keterangan:

T1 : Lokasi pengambilan Besuki, Porong

T2 : Lokasi Pengambilan Permisan, Jabon

T3 : Lokasi Pengambilan Tlocor, Jabon

1. : Pengulangan 1

2. : Pengulangan 2

3 : Pengulangan 3

Pengaruh dari variasi titik sampling terhadap kadar timbal dalam biota Sungai Porong akan dilakukan pengujian menggunakan uji *two way* ANOVA dengan Rancangan Acak Lengkap (RAL) yang digunakan terdiri dari 2 faktor (faktor lokasi pengambilan sampel dan faktor jenis biota) dan 3 kali pengulangan sesuai dengan Tabel 3.3.

Tabel 3.3 Analisis sampel biota

Lokasi Pengambilan (T)	Jenis Biota (J)	Ulangan (U)		
		1	2	3
T1	J1	T1J1 <sub>1</sub>	T1J1 <sub>2</sub>	T1J1 <sub>3</sub>
	J2	T1J2 <sub>1</sub>	T1J2 <sub>2</sub>	T1J2 <sub>3</sub>
	J3	T1J3 <sub>1</sub>	T1J3 <sub>2</sub>	T1J3 <sub>3</sub>
T2	J1	T2J1 <sub>1</sub>	T2J1 <sub>2</sub>	T2J1 <sub>3</sub>
	J2	T2J2 <sub>1</sub>	T2J2 <sub>2</sub>	T2J2 <sub>3</sub>
	J3	T2J3 <sub>1</sub>	T2J3 <sub>2</sub>	T2J3 <sub>3</sub>
T3	J1	T3J1 <sub>1</sub>	T3J1 <sub>2</sub>	T3J1 <sub>3</sub>
	J2	T3J2 <sub>1</sub>	T3J2 <sub>2</sub>	T3J2 <sub>3</sub>
	J3	T3J3 <sub>1</sub>	T3J3 <sub>2</sub>	T3J3 <sub>3</sub>

Keterangan:

T1 : Lokasi pengambilan Besuki, Porong

T2 : Lokasi pengambilan Permisan, Jabon

T3 : Lokasi pengambilan Tlocor, Jabon

J1 : Jenis biota ikan mujair terhadap timbal (Pb)

J2 : Jenis biota ikan keting terhadap timbal (Pb)

J3 : Jenis biota ketam terhadap timbal (Pb)

1 : Pengulangan ke 1

2 : Pengulangan ke 2

3 : Pengulangan ke 3

## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar logam timbal (Pb) dalam sampel air dan biota di perairan sungai Porong menggunakan destruksi tertutup (refluks) dan diukur menggunakan SSA. Hasil kadar logam berat akan digunakan untuk korelasi logam berat Pb pada sampel air dan biota dengan parameter pendukung pH dan DO.

#### **4.1 Pengambilan dan Preparasi Sampel**

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu air dan biota dari sungai Porong di kabupaten Sidoarjo, biota yang digunakan dalam penelitian ini yaitu ikan mujair, ikan keting dan ketam. Masing-masing sampel diambil pada 3 lokasi yang berbeda, meliputi Besuki, Permisan dan Tlocor. Pengambilan sampel di 3 lokasi yang berbeda dilakukan karena terdapat perbedaan kegiatan disetiap lokasi yang dilakukan penduduk sekitar sebagai wujud pemanfaatan sungai Porong yang berpotensi menjadi sumber pencemaran logam berat.

Pengambilan sampel air dilakukan pada pukul 08.00 WIB di 3 lokasi yang sudah ditentukan. Pengambilan sampel dilakukan menggunakan botol *polyetilen* yang telah dipreparasi menggunakan HNO<sub>3</sub> 10% yang bertujuan untuk mencegah terjadinya adsorpsi logam ke dinding botol dan meminimalisir perubahan biologi dan kimia, kemudian botol *polyetilen* dimasukkan kedalam perairan ±50 cm dengan ketentuan semua bagian botol terendam air dan dalam keadaan tertutup kemudian dibuka tutup botol di dalam perairan dan diisi dengan air sampel hingga

penuh, lalu ditutup botol *polyetilen* di dalam perairan. Sampel air diawetkan menggunakan  $\text{HNO}_3$  65% sampai  $\text{pH} < 2$  yang bertujuan menjaga kandungan logam agar tidak berubah. Botol diberi label dan pada setiap lokasi dilakukan pengulangan pengambilan sampel pada hari setelahnya pada jam yang sama. Selanjutnya, untuk sampel air yang dilakukan pengujian pH untuk pengukuran *in situ* menggunakan pH meter. Sedangkan, untuk pengujian DO dilakukan di laboratorium, dimana sampel air yang digunakan tidak dilakukan pengawetan agar tidak merubah kandungan dari sampel air tersebut (SNI 06-6989.14, 2004).

Pengambilan sampel biota dilakukan di sepanjang sungai Porong di 3 lokasi yang sudah ditentukan dengan menggunakan alat pemancing ikan dan jaring. Preparasi sampel biota yang meliputi ikan mujair, ikan keting, dan ketam masing-masing dibersihkan menggunakan air mengalir, kemudian diambil dagingnya. Daging yang diperoleh kemudian dihaluskan menggunakan mortar dan alu yang bertujuan untuk mempermudah proses destruksi. Masing-masing sampel biota yang sudah halus dimasukkan ke dalam plastik klip dan diberi label berdasarkan jenis biota serta lokasi pengambilan.

#### **4.2 Pembuatan Kurva Standar Timbal (Pb)**

Pembuatan kurva standar merupakan salah satu bagian yang penting dalam penentuan konsentrasi dalam sampel, dimana kurva standar dibuat dari sederetan larutan standar dengan rentang tertentu yang bertujuan untuk menganalisis konsentrasi larutan dari hasil pengukuran suatu sampel. Pembuatan kurva standar dimulai dengan mengencerkan larutan induk timbal nitrat  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  *E-Merck* 1000 ppm menjadi 10 ppm. Kemudian dibuat larutan standar timbal 0; 0,2; 0,4;

0,6; 0,8 dan 1,2 ppm sebanyak 50 mL dan dianalisa menggunakan SSA pada panjang gelombang 283,3 nm.

Kurva standar dibuat dengan persamaan regresi yaitu  $y = ax + b$ , dimana  $y$  adalah absorbansi sampel,  $a$  merupakan kemiringan (*slope*),  $x$  merupakan konsentrasi sampel dan  $b$  merupakan perpotongan (*intersep*). Perbandingan antara nilai absorbansi dengan larutan standar akan menghasilkan kurva garis lurus. Kurva yang diperoleh dari pengukuran kurva standar timbal dapat ditunjukkan pada Gambar 4.1.

Gambar 4.1 Kurva standar timbal

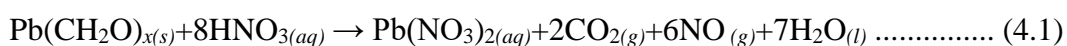
Berdasarkan Gambar 4.1 menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi maka semakin tinggi nilai absorbansi, sehingga dapat diketahui persamaan regresi dari kurva standar timbal yaitu  $y = 0,01616x + 0,00036$  dengan nilai  $R^2 = 0,9988$ . Nilai  $R^2$  menunjukkan hubungan linearitas antara konsentrasi analit dan absorbansi, nilai linearitas yang diperoleh memenuhi syarat yang ditetapkan yaitu  $R^2 > 0,99$ . Hal ini menunjukkan instrumen SSA yang digunakan dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel karena terdapat hubungan yang linier antara konsentrasi ( $C$ ) dan absorbansi ( $A$ ).

### 4.3 Proses Destruksi Basah dalam Sampel Air dan Biota

Proses destruksi pada penelitian dilakukan bertujuan untuk menguraikan senyawa-senyawa organik yang terdapat dalam air dan biota. Destruksi dilakukan



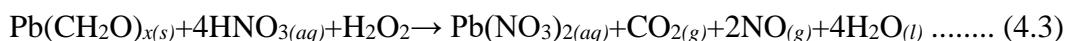
menggunakan destruksi basah tertutup, hal ini bertujuan untuk meminimalisir hilangnya analit pada saat proses destruksi dan membutuhkan waktu yang cukup singkat. Pemanasan proses destruksi dilakukan pada suhu 60-70 °C yang bertujuan untuk mempercepat proses reaksi. Penggunaan suhu tersebut karena berada dibawah titik didih air dan HNO<sub>3</sub> sehingga dapat meminimalisir terjadinya penguapan pelarut sampel dan air. Pemilihan HNO<sub>3</sub> sebagai reagen oksidator karena mampu mengoksidasi dengan kapasitas yang tinggi dibandingkan jenis asam lain dan dapat melarutkan logam dalam kondisi panas dengan baik. Penggunaan HNO<sub>3</sub> sebagai reagen menghasilkan larutan yang jernih dan tidak menghasilkan gas berwarna coklat. Reaksi antara sampel air dan HNO<sub>3</sub> dalam proses destruksi ditunjukkan dalam persamaan 4.1 dan 4.2 (Wulandari & Sukesi, 2013).



Proses destruksi senyawa Pb(CH<sub>2</sub>O)<sub>x(s)</sub> yang berikatan dengan Pb akan terdekomposisi oleh asam nitrat pada sampel dan menghasilkan H<sub>2</sub>O, Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, gas CO dan gas NO<sub>2</sub>. Adanya gas NO<sub>2</sub> yang dihasilkan menunjukkan bahwa teroksidasinya senyawa organik oleh asam nitrat dan garam Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> terdekomposisi menjadi ion timbal dan ion nitrat (Wulandari & Sukesi, 2013).

Proses destruksi pada sampel biota dilakukan penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebagai katalis. Penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> pekat yang bertujuan untuk menghilangkan padatan organik selama proses destruksi yang ditandai dengan terbentuknya larutan jernih. Penggunaan HNO<sub>3</sub> dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ketika dicampurkan akan menghasilkan kekuatan asam yang baik, hal ini dikarenakan HNO<sub>3</sub> berfungsi sebagai oksidator kuat yang

mengoksidasi ikatan antara logam dengan senyawa organik dalam sampel. Sedangkan, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebagai oksidator yang membantu dan menyempurnakan reaksi dalam proses destruksi (Tanase, dkk., 2004). Reaksi yang terjadi ketika ditambahkan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ditunjukkan pada persamaan 4.3 dan 4.4 (Wulandari & Sukesi, 2013).



Pada persamaan 4.3 menunjukkan dalam proses destruksi terjadi reaksi redoks. Akibat dari reaksi redoks yaitu senyawa organik yang dimisalkan dengan Pb(CH<sub>2</sub>O)<sub>x(s)</sub> akan terdekomposisi oleh asam nitrat. Akibat dari dekomposisi oleh asam nitrat akan menghasilkan gas CO<sub>2</sub> dan NO<sub>2</sub>, terbentuknya kedua gas ini mengakibatkan peningkatan tekanan dalam proses destruksi, sehingga logam Pb mengalami pemutusan ikatan dari senyawa organik dan membentuk garam Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, dimana terbentuknya garam tersebut mengindikasikan proses destruksi telah terjadi dan akan ditandai dengan hasil larutan yang jernih. Garam Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> akan terionisasi membentuk Timbal (II) dan ion nitrat (Wulandari & Sukesi, 2013). Sampel hasil destruksi didinginkan dan disaring untuk memisahkan sampel dengan pengotor-pengotor. Setelah dilakukan penyaringan sampel ditandabatkan menggunakan HNO<sub>3</sub> 0,5 M dan dianalisis menggunakan SSA dengan panjang gelombang 283,3 nm, penggunaan panjang gelombang tersebut karena merupakan panjang gelombang paling optimum ion logam yang paling kuat.

#### 4.4 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Air

Proses penentuan kadar timbal dalam masing-masing sampel air di tiga lokasi menggunakan metode destruksi basah tertutup (refluks) pada suhu 60-70 °C selama 3 jam dengan larutan pendestruksi HNO<sub>3</sub> 65%. Sampel yang akan dianalisis berjumlah tiga yaitu sampel air lokasi 1 di Besuki, lokasi 2 di Permisan dan lokasi 3 di Tlocor. Rata-rata kadar timbal pada masing-masing sampel air ditunjukkan dalam diagram pada Gambar 4.2 dan hasil uji parameter pendukung ditunjukkan dalam Tabel 4.1.

Gambar 4.2 Kadar logam Pb dalam sampel air dengan variasi tempat pengambilan sampel

Tabel 4.1 Hasil uji pH dan DO

Hasil kadar logam yang diperoleh pada Gambar 4.2 kemudian diolah menggunakan uji statistik *one way* ANOVA dengan tingkat kepercayaan 95% yang ditunjukkan pada Tabel 4.2. Hasil analisis *one way* ANOVA menunjukkan bahwa nilai  $F$  hitung sebesar 106,180 >  $F$  tabel sebesar 5,14 dengan nilai signifikansi  $0,000 < 0,05$ . Sehingga, dapat diartikan bahwa  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, yang artinya lokasi pengambilan sampel memiliki pengaruh terhadap kadar logam Pb, hal tersebut didukung dengan tingginya kadar logam Pb pada masing-masing lokasi pengambilan sampel.

Tabel 4.2 Hasil uji *one way* ANOVA dengan variasi tempat pengambilan sampel

Berdasarkan hasil analisis diatas, menunjukkan bahwa hasil kadar logam berat Pb pada air secara keseluruhan melebihi batas aman yang ditetapkan oleh PP No. 22 Tahun 2021 pada air sungai kelas III yaitu sebesar 0,03 mg/L. Hasil ini sangat memungkinkan, karena terjadinya proses pengendapan logam berat di dasar perairan, sehingga dapat meningkatkan kadar logam berat yang ada di dalam perairan tersebut. Kandungan logam berat pada air di suatu lokasi dapat berubah karena dipengaruhi oleh hidrodinamika perairan wilayah tersebut seperti arus, pasang surut dan gelombang (Hanifah, dkk., 2019).

Berdasarkan Gambar 4.2 dan Tabel 4.2 menunjukkan bahwa pada lokasi 2 nilai pH dan DO sebesar 6,5 dan 4,27 dengan kadar logam Pb sebesar  $0,204 \pm 0,033$  mg/L, kadar logam Pb pada lokasi 2 lebih rendah dibandingkan dengan lokasi 1 dan 3. Rendahnya kadar logam di lokasi 2 disebabkan oleh banyaknya tumbuhan mangrove. Tumbuhan mangrove merupakan tumbuhan yang memiliki kemampuan ekologis dalam menyerap, mengangkut dan menimbun logam berat yang berasal dari lingkungan sekitarnya (Amin, dkk., 2019).

Nilai pH dan DO meningkat di lokasi 2 disebabkan oleh aktivitas tumbuhan mangrove pada saat proses fotosintesis yang menghasilkan oksigen ( $O_2$ ) dan menyerap karbondioksida ( $CO_2$ ). Hal ini menyebabkan DO dalam perairan sungai Porong meningkat dan kandungan  $CO_2$  menurun. Penurunan  $CO_2$  akan meningkatkan pH sungai Porong, kenaikan pH mampu mengubah kestabilan ikatan logam dari bentuk karbonat menjadi hidroksida yang membentuk dengan partikel badan air, menyebabkan kelarutan logam Pb pada perairan menurun (Palar, 2004).

Pada lokasi 1 nilai pH dan DO sebesar 5,8 dan 2,02 dengan kadar logam Pb sebesar  $0,367 \pm 0,037$  mg/L, kemudian pada lokasi 3 nilai pH dan DO sebesar 5,6 dan 2,96 dengan kadar logam Pb sebesar  $0,562 \pm 0,014$  mg/L. Tingginya kadar logam di lokasi 1 disebabkan oleh lokasi 1 dekat pembuangan air limbah lumpur lapindo ke sungai, dimana air limbah lumpur lapindo mengandung 10 jenis logam berat salah satunya yaitu timbal (Purnomo & Rachmadiarti, 2018). Pada lokasi 3 disebabkan oleh faktor geografis dari sungai Porong yang merupakan titik akhir dari aliran sungai (Ika Harlyan, dkk., 2015).

#### **4.5 Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Sampel Biota**

Proses penentuan kadar timbal dalam masing-masing sampel biota di tiga lokasi menggunakan metode destruksi basah (refluks) pada suhu  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam dengan larutan pendestruksi  $\text{HNO}_3$  65% dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%. Sampel yang akan dianalisis pada masing-masing lokasi berjumlah tiga yaitu ikan mujair, ikan keting dan ketam. Rata-rata kadar timbal pada masing-masing sampel biota ditunjukkan dalam diagram pada Gambar 4.3.

Gambar 4.3 Kadar logam Pb dalam sampel biota dengan variasi tempat pengambilan sampel

Hasil kadar logam yang diperoleh pada Gambar 4.3, kemudian diolah menggunakan uji statistik *two way* ANOVA dengan tingkat kepercayaan 95% yang ditunjukkan pada Tabel 4.3. Hasil analisis *two way* ANOVA menunjukkan bahwa pada lokasi nilai  $F$  hitung sebesar  $163,363 > F$  tabel sebesar 3,40 dan pada

jenis nilai  $F$  hitung sebesar  $13,050 > F$  tabel sebesar  $3,40$  dengan nilai signifikansi  $0,000 < 0,05$ . Sehingga, dapat diartikan bahwa  $H_0$  ditolak dan  $H_1$  diterima, yang artinya lokasi pengambilan dan jenis sampel memiliki pengaruh terhadap kadar logam Pb, hal tersebut didukung dengan tingginya kadar logam Pb pada masing-masing biota di setiap lokasi pengambilan sampel.

Tabel 4.3 Hasil uji *two way* ANOVA dengan variasi tempat pengambilan sampel dan jenis biota

Menurut SNI No. 7387 Tahun 2009 tentang batas maksimum cemaran logam berat dalam biota, batas aman pada ikan sebesar  $0,3$  mg/Kg dan pada ketam sebesar  $0,5$  mg/Kg. Berdasarkan hasil Gambar 4.3 kadar logam Pb pada biota di sungai Porong memiliki pola hasil yang sama dengan kadar logam Pb di air, dimana pada lokasi kedua kadar logam Pb lebih rendah dibandingkan dengan lokasi pertama dan ketiga dan akumulasi logam Pb pada biota lebih besar dibandingkan dengan kadar logam Pb pada air. Hal ini disebabkan biota cenderung hidup di air sehingga terjadi kontak langsung dengan air dan penyerapan logam berat secara difusi melalui air (Puspasari, 2017). Pemindahan logam berat dari lingkungan air ke dalam atau permukaan tubuh ikan dan ketam dapat melalui air, sedimen, dan sistem rantai makanan (Suryani, dkk., 2018).

Namun, hasil kadar logam Pb yang terkandung pada masing-masing biota menunjukkan kecenderungan kadar logam Pb pada ketam lebih tinggi dibandingkan dengan ikan mujair dan ikan keting. Hal ini disebabkan oleh cangkang yang terdapat pada ketam banyak mengakumulasi logam di perairan sehingga akumulasinya tinggi dan berhubungan erat dengan sifatnya sebagai

hewan dasar yang mengambil makanan dengan *detritivorus* yaitu pemakan organisme yang mati atau pemakan bahan organik (Sandro, dkk., 2013). Selain itu, ketam yang termasuk golongan *crustasea* yang hidupnya cenderung menghabiskan waktu lebih banyak di dasar perairan, sehingga memungkinkan dalam mengakumulasi logam berat dalam tubuhnya lebih besar dimana sedimen mengandung logam paling tinggi (Connel dan Miller, 1995).

Kandungan logam Pb pada ikan keteng disebabkan ikan keteng salah satu predator puncak dalam jejaring makanan akuatik, ikan keteng berpotensi mengakumulasi logam berat (Ulfah, dkk., 2014). Selain itu, ikan keteng dapat bertahan dalam kondisi lingkungan perairan yang tercemar dengan kadar oksigen yang rendah dengan tingkat kekeruhan yang tinggi tanpa mengalami kematian (Chauro Aina, dkk., 2017). Kemudian, pada ikan mujair kandungan logam Pb yang terdapat dalam daging lebih rendah hal ini disebabkan daging bukan termasuk jaringan yang selalu bergerak sehingga dalam mengakumulasi logam berat lebih rendah. Hal ini sesuai dengan dengan peran fisiologi dalam metabolisme ikan dimana jaringan yang diserang adalah jaringan yang aktif dalam proses metabolisme pertumbuhan (Khaled, 2004).

Perairan sungai Porong telah tercemar, dimana sebagian besar berasal dari aktivitas manusia di sekitar sungai. Allah mengingatkan dalam surah asy-Syu'ara ayat 183:

وَلَا تَبْخَسُوا النَّاسَ أَشْيَاءَهُمْ وَلَا تَعْثَوْا فِي الْأَرْضِ مُفْسِدِينَ

Artinya: *"Dan janganlah kamu merugikan manusia dengan mengurangi hak-haknya dan janganlah membuat kerusakan di bumi"* (QS. asy-Syu'ara' 26: Ayat 183).

Tafsir yusuf ali, ayat tersebut menghimbau manusia untuk mematuhi semua perintah yang diberikan Allah SWT dan menjauhi semua larangan-Nya. Selain itu manusia haruslah melakukan segala yang ma'ruf, baik, bermanfaat dan dicintai serta melarang dari segala hal yang buruk. Perbuatan buruk yang dilakukan manusia terhadap lingkungan seperti pembuangan limbah secara sembarangan yang dapat membahayakan kehidupan manusia, tumbuhan dan hewan (Ali, 2009). Salah salah satu cara agar tidak ada kerusakan dimuka bumi yaitu dengan meningkatkan pola pikir manusia. Hal ini dijelaskan dalam surah Ali imron ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ وَاخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لآيَاتٍ لِأُولِي الْأَلْبَابِ . الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya:

190. "Sesungguhnya dalam penciptaan langit dan bumi, dan pergantian malam dan siang terdapat tanda-tanda (kebesaran Allah) bagi orang yang berakal"
191. "(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri, duduk, atau dalam keadaan berbaring, dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata), "Ya Tuhan kami, tidaklah Engkau menciptakan semua ini sia-sia; Maha Suci Engkau, lindungilah kami dari azab neraka"

Tafsir al-Mishbah menjelaskan ulul albab adalah orang-orang yang memiliki akal yang murni, yang tidak diselubungi oleh kabut ide yang dapat melahirkan kerancuan dalam berpikir. Yang merenungkan tentang fenomena alam raya akan dapat sampai kepada bukti yang sangat nyata tentang keesaan dan kekuasaan Allah. Akal memiliki kebebasan seluas-luasnya untuk memikirkan fenomena alam. Orang-orang yang berfikir menggunakan akalnya untuk berpikir kreatif dan inovatif terkait menjaga dan merawat alam (Shihab, 2002).



Penciptaan manusia di bumi bertujuan untuk menjaga dan melindungi segala ciptaan Allah. Hal ini dijelaskan dalam surah al-Baqarah ayat 30:

وَاذْ قَالِ رَبُّكَ لِلْمَلٰٓئِكَةِ اِنِّيْ جَاعِلٌ فِي الْاَرْضِ خَلِيْفَةً ۗ قَالُوْۤا اَجْعَلْ فِيْهَا مَنْ يُّفْسِدُ فِيْهَا وَيَسْفِكُ  
الدِّمَآءَ ۗ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالِ اِنِّيْۤ اَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُوْنَ

Artinya: *"Dan (ingatlah) ketika Tuhanmu berfirman kepada para malaikat, Aku hendak menjadikan khalifah di bumi. Mereka berkata, Apakah Engkau hendak menjadikan orang yang merusak dan menumpahkan darah di sana, sedangkan kami bertasbih memuji-Mu dan menyucikan nama-Mu? Dia berfirman, Sungguh, Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui."* (QS. al-Baqarah 2: Ayat 30).

Tafsir wajiz menjelaskan bahwa kata “خَلِيْفَةً” diartikan sebagai Nabi Adam a.s dan generasi umat manusia yang menggantikan generasi-generasi sebelumnya. Khalifah tersebut berperan dalam melestarikan dan menjaga bumi dalam segala aspek, baik dari alam semesta maupun makhluk hidup termasuk sikap dan perilaku manusia di bumi berdasarkan hukum-hukum dan ketentuan Allah (Ar-Rifa’i, 2009). Sehingga dari ayat tersebut, makna khalifah dalam hal ini diartikan sebagai peran manusia dalam melindungi dan menjaga kehidupan biota perairan dengan tidak mengotori daerah perairan agar tidak terjadi pencemaran logam yang dapat memberikan dampak negatif pada manusia dan makhluk yang hidup didalamnya.

Tanggung jawab manusia dengan mengelola alam dan kehidupan sosial didalamnya dengan sebaik-baiknya. Kehidupan manusia sangat bergantung pada komponen-komponen ekosistem yang lainnya. Manusia mencari makanan di daratan dan di lautan, oleh karena itu kehidupan biota air yang baik akan menghasilkan makanan yang baik pula untuk tubuh manusia. Dengan menyeimbangkan kebutuhan manusia dan kelestarian alam, khususnya daerah

perairan, alangkah baiknya jika manusia mulai memperhatikan kerusakan maupun pencemaran yang terjadi disekitarnya.

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diperoleh kesimpulan bahwa:

- a. Kadar logam timbal pada air sungai Porong pada masing-masing sampel di lokasi 1, lokasi 2 dan lokasi 3 sebesar  $0,367 \pm 0,037$ ;  $0,204 \pm 0,033$ ; dan  $0,562 \pm 0,014$  mg/L. Sedangkan, kadar logam timbal pada biota di sungai Porong pada lokasi 1 dengan sampel ikan mujair, ikan keting dan ketam sebesar  $9,550 \pm 1,052$ ;  $16,511 \pm 3,246$ ; dan  $16,769 \pm 1,476$  mg/Kg. Kemudian, pada lokasi 2 dengan sampel ikan mujair, ikan keting dan ketam sebesar  $1,917 \pm 0,309$ ;  $3,103 \pm 0,585$ ; dan  $4,135 \pm 0,389$  mg/Kg. dan pada lokasi 3 dengan sampel ikan mujair, ikan keting dan ketam sebesar  $16,562 \pm 0,793$ ;  $19,554 \pm 2,679$ ; dan  $19,347 \pm 3,056$  mg/Kg. Hal ini menunjukkan bahwa perairan sungai Porong tercemar logam Pb.
- b. Terdapat hubungan korelasi yang linier dimana peningkatan kadar logam berat dalam air akan diikuti dengan peningkatan logam berat dalam tubuh biota. Meningkatnya kadar logam diikuti oleh parameter pendukung yaitu pH dan DO. Nilai pH di sungai Porong berkisar 5,6-6,5, sedangkan pada DO berkisar 2,02-4,27.

## **5.2 Saran**

Adapun saran untuk penelitian selanjutnya agar dapat mengembangkan penelitian ini yaitu perlu memperhatikan teknik pengolahan biota, dan memperbanyak jumlah jenis biota serta titik pengambilan sampel, sehingga mendapatkan data yang lebih respresentatif dengan keadaan di sungai Porong.

## DAFTAR PUSTAKA

- Afrizki, Y. O. 2018. Analisis Kadar Timbal Pada Ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) Di Sungai Lesti Kabupaten Malang Dengan Menggunakan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Ali, A.Y. 2009. *Tafsir Yusuf Ali Teks*, Terjemahan dan Tafsir Qur'an 30 Juz. Jakarta: PT. Pustaka Litera Antar Nusa.
- Amaral, C. D. B., Fialho, L. L., Camargo, F. P. R., Pirola, C., dan Nóbrega, J. A. 2016. Investigation of analyte losses using microwave-assisted sample digestion and closed vessels with venting. *Talanta*, 160, 354–359.
- Amin, A. A., Baihaqi, V. K., Prawitma, R., dan Kurniawan, A. 2019. Analisis Daya Serap Mangrove *Avicennia Marina* Dan *Rhizophora Mucronata* Terhadap Logam Berat (Zn) Di Kawasan Mangrove Wonorejo, Surabaya, Jawa Timur. *Seminar Nasional Kelautan XIV*, 7–15.
- Andayani, S. 2005. *Manajemen Kualitas Air untuk Budidaya Perairan*. Malang: Universitas Brawijaya
- Apriadi, D. 2005. Kandungan Logam Berat Hg, Pb dan Cr pada Air, Sedimen dan Kerang Hijau (*Perna viridis* L.) di Perairan Kamal Muara, Teluk Jakarta. *Skripsi*. Bogor: Departemen Manajemen Sumberdaya Perairan Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Institut Pertanian Bogor.
- Ar-Rifa'i, A. K. 2008. *Tafsir Wajiz*. Jakarta: Gema Insani.
- Azwan, M., Sunarto, dan Setyono, P. 2011. Kandungan Logam Berat Tembaga (Cu) Dan Protein Pada Ikan Nila (*Oreochromis niloticus* Linn.) Di Karamba Jaring Apung Waduk Gajah Mungkur Wonogiri. *Bonorowo Wetlands*, 1(2), 1–59.
- Bott, R., 1970. Die Süßwasserkrabben von Europa, Asien, Australien und ihre Stammesgeschichte. Eine Revision der *Potamoidea* und *Parathelphoidea* (Crustacea., Decapoda). *Abh. Senckenb. Naturforsch. Gesell.* 2: 265-527.
- BPLS. 2011. *Peranan Kali Porong Dalam Mengalirkan Lumpur Sidoarjo Ke Laut*. BAPEL-BPLS.
- Chauro Aina, L., Rita S.D., E., dan Kaswinarni, F. 2017. Biomonitoring Pencemaran Sungai Silugonggo Kecamatan Juwana Berdasarkan Kandungan Logam Berat (Pb) Pada Ikan Lundu. *Bioma : Jurnal Ilmiah Biologi*, 5(2).
- Connel, D. W., dan G. J. Miller. 1995. *Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran*. (Terjemah oleh Koestoer, Y). Jakarta: UI Press.

- Day, R. A. dan Underwood, A. L. 1989. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Jakarta: Erlangga.
- Demirel, S., Tuzen, M., Saracoglu, S., dan Soylak, M. 2008. Evaluation of various digestion procedures for trace element contents of some food materials. *Journal of Hazardous Materials*, 152(3), 1020–1026.
- Dewi, D.C. 2013. Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng Menggunakan Destruksi Basah dan Destruksi Kering. *Alchemy*, 2(1).
- Dwantari, I. P. S., dan Wiyantoko, B. 2019. Analisa Kesadahan Total, Logam Timbal (Pb), dan Kadmium (Cd) dalam Air Sumur Dengan Metode Titration Kompleksometri dan Spektrofotometri Serapan Atom. *IJCA (Indonesian Journal of Chemical Analysis)*, 2(01).
- Efendi, H. 2003. *Telaah Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Yogyakarta: Kanisius.
- Emawati, E., Aprianto, R., dan Musfiroh, I. 2015. Analisis Timbal dalam Kerang Hijau, Kerang Bulu, dan Sedimen di Teluk Jakarta. *Indonesian Journal of Pharmaceutical Science and Technology*, 2(3), 105.
- Eprilurahman, R., Tejo Baskoro, W., dan Trijoko, T. 2015. Keanekaragaman Jenis Kepiting (Decapoda: *Brachyura*) di Sungai Opak, Daerah Istimewa Yogyakarta. *Biogenesis: Jurnal Ilmiah Biologi*, 3(2), 100–108.
- Ghozali, Imam. 2009. *Aplikasi Analisis Multivariate dengan Program SPSS*. Semarang: UNDIP.
- Giles, N. M., Watts, A. B., Giles, G. I., Fry, F. H., Littlechild, J. A., dan Jacob, C. 2003. Metal and Redox Modulation of Cysteine Protein Function Review. *Chemistry & Biology*, 10, 161–168.
- Hanifah, N. N., Rudiyanti, S., dan Ain, C. 2019. Analisis Konsentrasi Logam Berat Timbal (Pb) Dan Kadmium (Cd) Di Sungai Silandak, Semarang. *Journal of Maquares*, 8(3), 257–264.
- Hassan, K. ., Zubairu, M. ., dan Uwaisu, U. 2015. The Concentrations of Heavy Metals in Fish Samples from Dukku River in Kebbi State of Nigeria. *International Journal of Environment and Bioenergy*, 10(2), 122–130.
- Hariyanti, A., Jayanthi, O. W., Wicaksono, A., dan Kartika, A. G. D. 2021. Sebaran Logam Berat Timbal (Pb) Pada Air Laut Sebagai Bahan Baku Distribution Of Heavy Metal Lead ( Pb ) In Sea Water As Raw Material Of Salt In Padelegan Waters, Pamekasan. *Jurnal Ilmiah Kelautan Dan Perikanan*, 2(4), 282–287.
- Hee NH dan Hui TH. 2002. Redescription of *Acrochordonichthys ischnosoma* Bleeker, 1858 a poorly known species of akysid catfish (*Teleostei: Sluriformes*) from Sumatra and Java. *Raffles Bull Zool*. 50(2):449-452.

- Hidayat, Y. S. 2015. Penentuan Kadar Timbal (Pb) Pada Coklat Batang menggunakan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Malang. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Ika Harlyan, L., Retnowati, D., Hikmah Julinda Sari, S., dan Iranawati, F. 2015. Concentration of Heavy Metal (Pb and Cu) in Sediment and Mangrove Avicennia Marina at Porong River Estuary, Sidoarjo, East Java. *Research Journal of Life Science*, 2(2), 124–132.
- Kalaskar, M. M. 2012. Quantitative analysis of heavy metals from vegetable of Amba Nalain Amravati District. *Der Pharma Chemica*, 4(6), 2373–2377.
- Kartikasari, L. E., dan Utami, W. 2018. Penetapan Kadar Logam Pb Dan Cd Dalam Sediaan Spirulina Dengan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Jurnal Farmasi Sains Dan Praktis*, 4(2), 31–36.
- Khaled, A. 2004. Heavy metals concentrations in certain tissues of five commercially important fishes from El-Mex Bay, Alexandria, Egypt. *Egyptian Journal of Aquatic Biology And Fisheries*, 8(1), 51–64.
- Khopkar, S. M. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Latif, U. T. A., Fitriani, Y., dan Nur, F. 2021. Analisis Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) Pada Hepatopankreas Kepiting Rajungan (*Portunus pelagicus*). *Jurnal Celebes Biodiversitas*, 4(2), 19–22.
- Martin, W.E. dan Bridgmon, K.D. 2012. *Quantitative and Statistical Research Methods from Hypothesis to Results*. San Fransisco: Jossey-Bass.
- Mook, D. 1983. Responses of common fouling organisms in the Indian River, Florida, to various predation and disturbance intensities. *Estuaries*, 6(4), 372–379.
- Muhakik Atamtajani, A., dan Rizki Amelia, D. 2019. Eksplorasi Limbah Sisik Ikan Mujair Sebagai Material Utama Produk Cinderamata Perhiasan. *Jurnal ATRAT*, 7(1), 21–32.
- Murdy, E. O., Kottelat, M., Whitten, A. J., Kartikasari, N., dan Wirjoatmodjo, S. 1994. Freshwater Fishes of Western Indonesia and Sulawesi. *Copeia*, 1994(3), 830.
- Namik, K., Aras, O., dan Ataman, Y. 2006. *Trace Element Analysis of Food and Diet*. The Royal Society of Chemistry: Hal 66-67.
- Nurry, A., dan Anjasmara, I. M. 2014. Kajian Perubahan Tutupan Lahan Daerah Aliran Sungai Brantas Bagian Hilir Menggunakan Citra Satelit Multi Temporal (Studi Kasus: Kali Porong, Kabupaten Sidoarjo). *Geoid*, 10(1), 70.
- Patnaik, P. 2004. *Dean's Analytical Chemistry Handbook. Second Edition*. New

York: McGraw-Hill Comp.

- Priatna, D. E., Purnomo, T., dan Kuswanti, N. 2016. Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada Air dan Ikan Bader (*Barbonymus gonionotus*) di Sungai Brantas Wilayah Mojokerto. *Lentera Bio*, 5(1), 48–53.
- Purnomo, T., dan Rachmadiarti, F. 2018. The changes of environment and aquatic organism biodiversity in east coast of Sidoarjo due to Lapindo hot mud. *International Journal of GEOMATE*, 15(48), 181–186.
- Puspasari, R. 2017. Logam Dalam Ekosistem Perairan. *BAWAL Widya Riset Perikanan Tangkap*, 1(2), 43.
- Putri, N. A., Nabillah, N., Novianti, U. L., dan Huseini, M. R. 2019. Variasi Temperatur Dan Waktu Tinggal Hidrotermalisasi Terhadap Efektifitas Lumpur Lapindo Sebagai Sumber Energi Alternatif. *Seminar Nasional Sains Dan Teknologi*, 1–5.
- Ramdani, A. 2014. Analisis Kandungan Logam Berat Pb Pada Air, Sedimen dan Keong Kentrol (*Monodonta labio*) Terhadap Kegiatan Wisata Pantai di Kecamatan Pesanggaran, Kabupaten Banyuwangi. Malang: Universitas Brawijaya.
- Razak, R., dan Masyitah, S. 2013. Analisis Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) Dan Kadmium (Cd) Pada Udang Windu (*Penaeus monodon*) Di Perairan Beniung Tarakan Kalimantan Timur Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Ilmiah As-Syifaa*, 5(1), 80–87.
- Resti, Anisa. 2016. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Daun Bayam (*Amaranthus spp.*) Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Uin Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Rifqi I. A; Dewi D. C., dan Naschihuddin, A. 2015. Penentuan Kadar Merkuri (Hg) dalam Krim Pemutih Menggunakan Destruksi Basah Tertutup Secara Spektroskopi Serapan Atom Uap Dingin (SSA-UD). *Journal Of Chemistry*. Malang: Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim.
- Saanin H. 1984. *Taksonomi dan kunci identifikasi ikan jilid I dan II*. Bandung: Bina Cipta.
- Saleh, M. R., Setyawan, W. E., Indriani, D., Rahman, F., Mariaty, dan Khalid, K. 2019. Ecocide: Memutus Impunitas Korporasi. *Wahana Lingkungan Hidup Indonesia (WALHI) \_ Yayasan Tifa*, 1–144.
- Sandro, S. R., Lestari, S., dan Purwiyanto, A. I. S. 2013. Analisa Kandungan Kadar Logam Berat Pada Daging Kepiting (*Scylla serrata*) Di Perairan Muara Sungai Banyuasin. *Fishtech*, 2(1), 46–52.
- Sari, Y. P. P. R., Rumhayati, B., dan Srihardyastutie, A. 2017. Bioaccumulation of Heavy Metals Pb, Cd And Zn on Bentos in the Estuary of Porong River



- Sidoarjo. *Natural-B*, 4(1), 1–10.
- Sarjono, A. 2009. Analisis Kandungan Logam Berat Cd, Pb, dan Hg Pada Air dan Sedimen di Perairan Muara Sungai Cisadae. *Jurnal Makara Sains*, Vol 10 No. 1 Hal: 35-40.
- Settle, F. A. 1997. *Handbook of Instrumental Techniques For Analytical Chemistry*. New Jersey: Prentice-Hall.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir al-Misbah: Pesan, Kesan, dan Keserasian al-Qur'an*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sidjabat, F. N., Alwi, V., dan Puspitasari, Y. 2020. Pengukuran Timbal Pada Air Sungai Dan Bioindikator Lokal Di Sungai Brantas Kota Kediri , Provinsi Jawa Timur. *Jurnal Ekologi Kesehatan*, 19(3), 161–173.
- Simangunsong, R., dan Elvyra, R. 2020. Inventory of Bagridae Family Fish From the Kampar. *Berkala Perikanan Terubuk*, 48(2), 412–420.
- Skoog, D. A., West, D.M., Holler, F.J., dan Crouch S.R. 2004. *Fundamentals If Analytical Chemistry Eighth Edition*. USA: Brooks/Cole.
- SNI 03-7016. 2004. *Tentang Tata Cara Pengambilan Contoh Dalam Rangka Pemantauan Kualitas Air Pada Suatu Daerah Pengaliran Sungai*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional, 1–19.
- SNI 06-6989.14. 2004. *Air dan Air Limbah – Bagian 14: Cara Uji Oksigen Terlarut Secara Yodometri (Modifikasi Azida)*. Jakarta : Badan Standardisasi Nasional, 1–6.
- SNI 7387. 2009. *Batas Maksimum Cemaran Logam Berat Dalam Pangan*, 1–29.
- Sudjana. 2005. *Metoda Statistika*. Bandung: Tarsito.
- Suryani, A., Nirmala, K., dan Djokosetyanto, D. 2018. The Accumulation of Heavy Metal (Lead And Copper) in Milkfish (Chanos-Chanos, Forskal) Ponds From Dukuh Tapak, Kelurahan Tugurejo, Semarang. *Jurnal Pengelolaan Sumberdaya Alam Dan Lingkungan*, 8(3), 271–278.
- Tanase, A., Niculae, C., Patroescu, C., dan Vamanu, A. 2004. Optimized Microwave Digestion method for Iron and Zinc determination by Flame Absorption Spectrometry in Fodder yeasts obtained from Paraffin, Methanol and Ethanol. *Chimie, Anul XIII (Serie Nouă), I-II*, 117–124.
- Tesfamariam, Z., Younis, Y. M. H., dan Elsanousi, S. S. 2016. Assessment of heavy metal status of sediment and water in Mainefhi and Toker drinking-water reservoirs of Asmara City, Eritrea. *American Journal of Research Communication*, 4(6), 76–88.
- Ulfa, R. F. 2018. Analisis Kadar Kadmium Pada Air Dan Sedimen Sungai Lesti

Kabupaten Malang Menggunakan Metode Spektroskopi Serapan Atom (SSA). *Skripsi*. Uin Maulana Malik Ibrahim Malang.

Ulfah, S., Rachmadiarti, F., dan Raharjo. 2014. Upaya penurunan logam berat timbal pada *Mystus nigriceps* di Kali Surabaya menggunakan filtrat kulit nanas. *LenteraBio*, 3(1), 103–108.

Varian. 2010. *Prinsip Kerja AAS-AA240, Pengoprasian dan Cara Perawatannya*. Malang: Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

Wahidin. 2009. Analisis Zat Besi Dari Susu Sapi Murni dan Minuman Susu Fermentasi Yakult, Calpico dan Vitacharm Secara Destruksi dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). *Tesis*. Medan: Universitas Sumatera Utara.

Yudha, I. G. 2009. Kajian Logam Berat Pb, Cu, Hg dan Cd yang terkandung Pada Beberapa Jenis Ikan di Wilayah Pesisir Kota Bandar Lampung. *Seminar Hasil Penelitian & Pengabdian Kepada Masyarakat*, 29–34.

**LAMPIRAN**