PEMBUATAN PEREAKSI CEPAT UNTUK DETEKSI DINI CEMARAN LOGAM BERAT CADMIUM

FARIS ADRIANTO, FEBRI ANNURYANTI, AMIRUDIN PRAWITA
Departemen Kimia Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Airlangga
Email: farisadrianto@gmail.com

ABSTRACT

The simple cadmium detection system was studied and developed using dithizone loaded membrane. Dithizone is one of the most frequently used chemical substances for cadmium ions extraction in water. Cd(II)-dithizone complex substance [CdHDith)2] is stable in alkaline condition and, presenting with the orange-red color. It was found that nylon membran filters 0,2 um were suitable membrane for the loading system with dithizone 0,01%. The result of sample pH optimization for optimum color observation were 7-9 and the minimum sample detection was 0,05 ppm. Adding alumunium foil cover and silica gel in the storage container could improve dithizone membrane stability.

***Keywords**: Cadmium, dithizone, loaded membrane, strip test*

PENDAHULUAN

Akhir-akhir ini kasus keracunan logam berat yang berasal dari bahan pangan semakin meningkat jumlahnya. Pencemaran logam berat terhadap alam lingkungan merupakan suatu proses yang erat hubungannya dengan penggunaan bahan tersebut oleh manusia. Pencemaran oleh logam berat sangat merugikan kehidupan manusia, misalnya kasus Minamata di Jepang dan pada tahun 2004, kasus pencemaran Teluk Buyat, dan hal ini akan terus berlanjut jika pihak-pihak yang berkepentingan tidak mempedulikan terhadap kelanjutan kehidupan dimasa yang akan datang (Darmono, 2001).

Toksisitas logam berat pada manusia menyebabkan beberapa akibat negatif, tetapi yang terutama adalah kerusakan jaringan, terutama jaringan detoksikasi dan ekskresi (hati dan ginjal). Beberapa penyakit yang disebabkan oleh keracunan logam berat adalah anemia, gangguan pada berbagai organ tubuh dan penurunan kecerdasan. Anak-anak merupakan golongan yang beresiko tinggi keracunan logam berat. Hal ini disebabkan organ-organ tubuhnya masih dalam taraf perkembangan sehingga penyerapan logam berat pada saluran pencernaan lebih tinggi. Pada orang dewasa, penyerapan logam berat lebih rendah pada saluran pencernaannya, tetapi hal ini tergantung dari ukuran partikel, daya larut, dan status gizi (Hayes, 2001).

Cadmium adalah metal berbentuk kristal putih keperakan dan biasa terdapat pada industri alloy, pemurnian Zn, pestisida. Jumlah Cd yang diserap oleh tanaman dipengaruhi oleh beberapa faktor termasuk pH tanah, kandungan mineral lain (Ca) dan pemupukan tanah oleh fosfat (Darmono, 1995). Logam ini tertimbun dalam jaringan sangat lambat untuk dilepas kembali. Kandungan Cd akan meningkat di dalam organ tersebut sesuai dengan bertambahnya umur, yang berada dalam tubuh tidak mudah diuraikan. Pada umumnya, analisis Cadmium dilakukan dengan cara Spektroskopi Serapan Atom. Penggunaan spektroskopi serapan atom dalam mendeteksi cemaran Cadmium tersebut harus dilakukan di laboratorium dan tidak bisa dilakukan masyarakat umum sebagai deteksi dini adanya cemaran Cadmium dalam makanan ataupun kosmetik. Untuk itu, perlu dilakukan metode yang sederhana sebagai deteksi dini adanya cemaran Cadmium dalam sampel makanan dan kosmetik. Salah satu deteksi cemaran Cadmium adalah dengan pembentukan senyawa kompleks dengan ligand. Salah satu zat pengkompleks yang mampu bereaksi dengan beberapa logam adalah diphenylthiocarbazone atau seringkali dikenal sebagai dithizone. Reaksinya dengan ion logam membentuk kompleks logam ditizonat yang spesifik dan larut dalam pelarut organik, serta akan menimbulkan warna merah sampai dengan ungu (Irving, 1971). Reaksi yang terjadi adalah :

$$M^{n+} + H_2O + n\ H_2Dz \rightleftarrows M(HDz)n + n\ H_3O^+$$

Beberapa logam yang dapat membentuk kompleks logam ditizonat antara lain Ag, Au, Bi,

Cd, Cu, Co, Fe, Hg, Ni, Pb, Pd, Te dan Zn (Christian, 1998).

Dengan melakukan reaksi pembentukan kompleks dengan dithizone, diharapkan secara sederhana dapat dilakukan suatu deteksi awal adanya cemaran Cadmium di lingkungan. Penelitian ini bertujuan untuk membuat suatu pereaksi cepat berupa dithizone yang diaplikasikan pada kertas membran untuk mendeteksi adanya cemaran logam berat Cadmium dalam sampel.

METODE PENELITIAN

Alat

Timbangan analitik (O Haous Pioner, Densitometer (Shimadzu Dual Wavelength Chromato Scanner CS 930), Magnetic stirrer, dan alat-alat gelas yang umum digunakan pada laboratorium kimia analisis.

Bahan

Cadmium acetate (Merck), Diphenyl thiocarbazone (Merck), Nylon Membrane filter 0,22 dan 0,4 um (Whatman), HNO_3 (Merck), NH_4OH (Merck), Acetone (Merck), $SrCl_2$ (Merck), aqua bidestilata

Prosedur Kerja

Pembuatan Larutan dan Membran Dithizone

Dithizon 98% sebanyak 50 mg dilarutkan dalam 100 ml Aceton dan ditambahkan 50 mg $SrCl_2$. Kemudian dari larutan ini dibuat beberapa konsentrasi yaitu 0.0025%, 0.005 %, 0.010 %, dan 0.020%.

Kemudian larutan tersebut diinjectkan pada 10 mL air yang diaduk dengan kecepatan 100 RPM. Membran deteksi dibuat dengan memfilter dithizone tersebut pada kertas membran pada kondisi vakum. Kemudian membran dikeringkan dalam lemari asam. Membran disimpan dalam wadah tertutup.

Pembuatan Larutan Sampel

Ditimbang sejumlah tertentu sampel logam berat Cadmium ditambahkan aqua bebas logam. Kemudian dari masing-masing larutan ini dibuat konsentrasi tertentu sebesar 0,1; 0,5; 1; 2; dan 5 ppm

Penentuan pH Optimum Pembentukan kompleks Dithizonat

Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 5 ml sampel, atur pH = 4, 5, 6, 7, 8 dengan penambahan amonium hidroksida 1N atau HNO3 10%, kemudian dimasukkan strip dithizone. Jika strip bewarna orange sampai merah, berarti sampel mengandung Cadmium

Penentuan Batas Minimum Konsentrasi Logam Berat

Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 5 mL sampel dengan kadar bervariasi mulai dari 0.1 ppm sampai dengan 2 ppm, diatur pH 8 dengan penambahan amonium hidroksida 1N. Kemudian dimasukkan strip dithizone. Diamati perubahan warna pada strip dithizone.

Dilakukan uji penghitungan intensitas warna yang didapatkan dengan TLC densitometer sebagai data konfirmasi.

Uji stabilitas membran dithizone dengan pengaruh waktu

Membran dithizone diletakkan pada alumunium foil dan ditambahkan silica gel dan diamati perubahan warna membran. Membran dalam konsisi stabil apabila menunjukkan warna hijau. Intensitas warna diukur menggunakan TLC densitometer sesuai dengan Waters et al., 1995

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pembuatan Larutan dan Membran Dithizone

Dari tiap larutan dithizone pada berbagai konsentrasi Itersebut diujikan pada sampel 1 ppm Cadmium asetat untuk mengetahui apakah larutan dithizone tersebut dapat mendeteksi Cadmium secara visual.

Tabel 1 Warna Larutan Dithizone sebelum diimpregnasikan pada membran

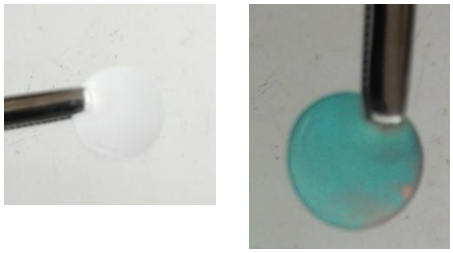
Konsentrasi kompleks dithizone	Penampakan
0,0025 %	Orange pucat Orange pucat Orange pucat
0,005 %	Orange Orange Orange
0,010%	orange tua orange tua orange tua
0,025%	orange tua orange tua orange tua

Dari data tersebut di atas diperoleh data bahwa secara visual, pada konsentrasi larutan dithizone 0,010% b/v sudah dapat menimbulkan warna yang intensif dan mudah diamati oleh mata. Untuk berikutnya akan dipilih larutan 0,010% dithizone sebagai larutan yang akan diimpregnasikan dalam membran filter.

Pemilihan jenis membran yang sesuai untuk impregnasi

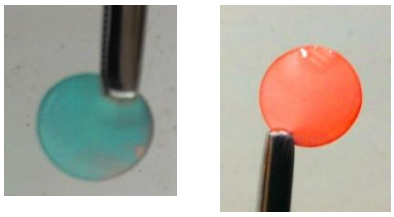
Dari hasil penelitian didapatkan bahwa kertas saring biasa tidak dapat dipergunakan untuk impregnasi dithizone. Hal ini karena pori pori kertas saring biasa terlalu lebar dan tidak homogen, sehingga dithizone tidak dapat terserap dengan baik ke kertas saring. Kemudian diujikan pada membran filter nylon dengan diameter 0,22 dn 0,4 um.

Dari hasil pengujian di atas, kemudian dilakukan uji dengan mencelupkan kertas membran yang sudah diimpregnasi tersebut ke dalam larutan sampel cadmium asetat 1 ppm, pH 7.



Gambar 2 Hasil impregnasi larutan dithizone ke membran filter. Kiri. Membran sebelum diimpregnasikan. Kanan. Membran setelah diimpregnasikan

Berdasarkan hasil pengujian di atas, dipilih membran whatman nylon membran filters 0,2 um karena hasil pengamatan menunjukkan warna yang mudah diamati.



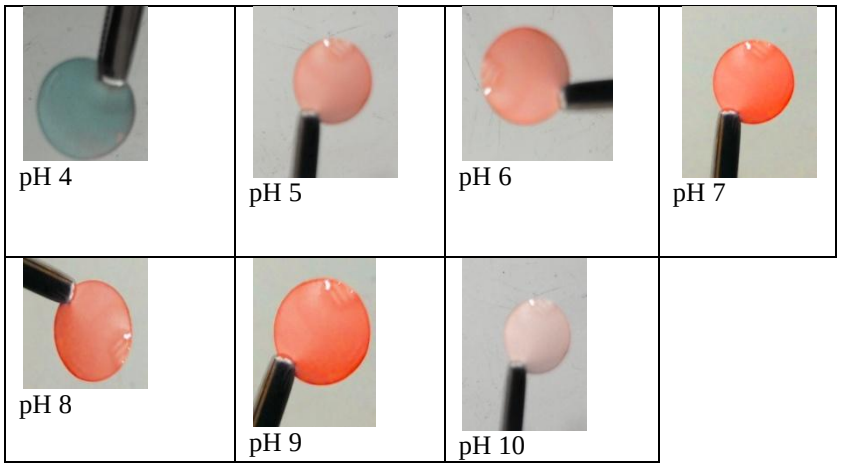
Gambar 3 Hasil pengujian membran dithizone dengan Cadmium asetat 1 ppm

Menentukan pH Optimum Pembentukan kompleks Dithizonat

Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 5 ml sampel cadmium asetat 1 ppm., diatur pH = 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10 dengan penambahan amonium hidroksida 1N atau HNO_3 10%, kemudian dimasukkan membran dithizone.

Tabel 2. pH sampel terhadap perubahan warna membran dithizone

pH sampel	Perubahan warna strip dithizone	pH sampel	Perubahan warna strip dithizone
4	Tetap hijau	7	Orange tua
	Tetap hijau		Orange tua
	Tetap hijau		Orange tua
5	Orange	8	Orange tua
	Orange		Orange tua
	Orange		Orange tua
6	Orange	9	Orange tua
	Orange		Orange tua
	Orange		Orange tua
10	Orange pucat		
	Orange pucat		
	Orange pucat		



Gambar 4. Perbandingan warna membran terhadap pH larutan sampel yang berbeda

Dari pengamatan tersebut disimpulkan bahwa pH optimal untuk menimbulkan warna membran yang diimpregnasi oleh dithizone sehingga dapat mudah diamati dengan mata adalah antara 7-9.

Hal tersebut terjadi karena pada pH rendah, kompleks dithizone masih belum terbentuk. (Irving, 1971). Irving (1971) mengatakan bahwa kompleks dithizone dengan cadmium terjadi pada pH netral sampai basa lemah. Hal ini dapat dibuktikan pada hasil penelitian bahwa pH 10 tidak dapat membentuk kompleks logam dithizone dengan cadmium.

Penentuan Batas Minimum Konsentrasi Cadmium yang dapat dideteksi dengan Membran dithizone

Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 5 mL sampel yang mengandung Cadmium asetat dengan kadar bervariasi mulai dari 0.1 ppm sampai dengan 2 ppm, diatur pH 8 dengan penambahan amonium hidroksida 1N. Kemudian dimasukkan membran dithizone. Diamati perubahan warna pada strip dithizone.

Tabel 3. Pengaruh konsentrasi cadmium terhadap perubahan warna membran dithizone

NO	Konsentrasi sampel	Perubahan warna strip dithizone
1	2 ppm	Orange tua
		Orange tua
		Orange tua
2	1 ppm	Orange tua
		Orange tua
		Orange tua
3	0.8 ppm	Orange tua
		Orange tua
		Orange tua
4	0.4 ppm	Orange
		Orange
		Orange
5	0.2 ppm	Orange
		Orange
		Orange
	0.1 ppm	Orange pucat
		Orange pucat
		Orange pucat
	0.05 ppm	Orange pucat
		Orange pucat
		Orange pucat
	0.020 ppm	Tidak terjadi perubahan warna
		Tidak terjadi perubahan warna
		Tidak terjadi perubahan warna