

---

## VALIDASI METODA DESTRUKSI BASAH DAN DESTRUKSI KERING PADA PENENTUAN LOGAM TIMBAL (Pb) DAN KADMIUM (Cd) DALAM TANAMAN RUMPUT

**Yusuf Habibi**

Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia  
Jalan Kaliurang Km 14,5 Sleman Yogyakarta  
Email : yusuf.habibi@uii.ac.id

### ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian validasi metoda destruksi kering dan basah pada penentuan logam kadmium (Cd) dan timbal (Pb) dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom. Validasi metoda didasarkan pada jaminan mutu sesuai SNI. Hasil validasi metoda menunjukkan bahwa metoda destruksi kering lebih valid dibanding metoda destruksi basah. Validitas ditunjukkan dengan nilai kadar logam yang optimal, nilai korelasi standar di atas 0,995, % RPD dibawah 10%, dan % R dalam rentang 85% - 115 %.

Kata kunci: validasi metoda, destruksi basah, destruksi kering, logam Cd dan Pb, rumput.

### ABSTRACT

*Research has been done for validation method of dried and wet destruction on cadmium and lead determination with Atomic Absorption Spectrophotometer. Validation method is based on quality assurance of Indonesian Standard (SNI). Result of validation method indicate if dried destruction more valid than wet destruction. Validity showed optimal values of metal levels, correlation above 0,995, % RPD under 10%, and % R between 85% - 115%.*

*Keywords: validation method, wet destruction, dried destruction, Cd and Pb, grass.*

### LATAR BELAKANG

Perlu untuk diketahui bahwa sekarang banyak dilakukan penelitian tentang pencemaran limbah disekitar lingkungan kita. Keberadaan limbah memang sangat berpengaruh pada kesehatan warga disekitarnya. Untuk itu diperlukan analisa lingkungan terhadap dampak limbah yang ada. Salah satu parameter lingkungan adalah tanaman yang hidup disekitar tempat tinggal. Dan tanaman yang pasti tetap keberadaannya tidak akan berubah karena dipindah atau diganti adalah rumput. Bahkan rumput akan terus tumbuh meski dipotong atau dicabut.

Parameter limbah yang perlu untuk diketahui paling banyak di lingkungan adalah kadar logam yang bersifat racun atau toksik seperti timbal (Pb) dan kadmium (Cd). Keberadaan logam timbal dan kadmium dengan batas kadar tertentu didalam tubuh manusia akan menyebabkan cacat atau bahkan sampai ke kematian. Penentuan logam dalam tanaman yang diketahui selama ini adalah dengan cara destruksi tanaman melewati tahapan basah dan tahapan kering, atau sering disebut dengan destruksi basah dan destruksi kering.

Alat yang digunakan untuk menguji logam adalah Atomic Absorption Spectrometer (AAS). Pemakaian AAS berdasarkan atomisasi sampel yang sangat dipengaruhi oleh kestabilan atau kemurnian sampel. Destruksi sampel diatas sangat berpengaruh terhadap kadar kadar logam yang dihasilkan dari alat AAS.

Telah dilakukan penelitian sebelumnya tentang perbandingan destruksi basah dan destruksi kering oleh Ovianti Mulyani (2007), menunjukkan bahwa destruksi kering menghasilkan kadar yang lebih besar daripada destruksi basah. Akan tetapi metoda destruksi tersebut belum melewati tahap validasi metoda, oleh karena itu penelitian ini dilakukan.

Studi kandungan logam Pb dalam batang dan daun kangkung juga telah dilakukan oleh Indrajati Kohar, dkk., pada tahun 2004 dengan metoda destruksi basah didapatkan kadar timbal (Pb) dalam batang sebesar 0,2mg/100g dan dalam daun sebesar 0,3mg/100g.

Studi kandungan logam berat seperti timbal dan kadmium dalam rumput juga telah dilakukan oleh Ogundiran, M.B. dkk., disekitar penampungan limbah timbal di Nigeria diperoleh kadar timbal  $425 \pm 79$  ppm dan kadar kadmium  $0,94 \pm 0,23$  ppm. Ini bisa dirujuk sebagai acuan reference material untuk penelitian yang akan dilakukan.

## **BAHAN DAN METODE**

### **Lokasi**

Lokasi yang digunakan untuk penelitian ini untuk pengambilan sampel ada di sekitar penampungan limbah Laboratorium Terpadu dan pengujian di Laboratorium Instrumentasi Terpadu Universitas Islam Indonesia.

### **Alat dan Bahan**

Alat yang digunakan adalah :

- AAS Perkin Elmer PinAAcle 900T
- Neraca analitik Mettler Toledo
- Krus porselein 30ml
- Spatula
- Kompor listrik
- Labu takar 50ml
- Labu takar 10ml
- Corong gelas
- Pipet tetes
- Gelas beker 100ml

Bahan yang digunakan :

- Sampel rumput
- Asam nitrat pekat
- Kertas saring whatman
- Aquades
- Standar timbal (Pb) 1000mg/L tertelusur SRM dari NIST
- Standar kadmium (Cd) 1000mg/L tertelusur SRM dari NIST

### **Cara kerja**

#### **Pengeringan Sampel Rumput**

Diambil sejumlah rumput, dimasukkan dalam oven dan dikeringkan pada suhu 1050C selama 2 jam.

#### **Destruksi Basah**

Dilakukan dengan cara menimbang sejumlah sampel pada gelas beker, yaitu dengan komposisi berat 0.25 g, lalu tambahkan pelarut asam kuat asam nitrat (HNO<sub>3</sub>). Destruksi dengan menggunakan kompor sampai kesat, lalu tambahkan pelarut lagi lakukan sampai 3 kali pemberian pelarut. Setelah kesat, tambahkan dengan aquades, lalu saring dengan menggunakan kertas saring Whatman 40, masukkan ke dalam labu takar 50 ml. Lalu encerkan sampai tanda batas, ukur dengan menggunakan AAS.

### **Destruksi Kering**

Destruksi ini cara pengerjaannya hampir sama dengan destruksi terbuka, namun sebelumnya sampel dibuat menjadi abu dahulu. Ditimbang sejumlah berat dengan komposisi berat 0.25 g, masukkan ke dalam krus porselein, dipanaskan sampai menjadi abu, lalu tambahkan pelarut asam nitrat (HNO<sub>3</sub>). Dipanaskan kembali sampai kesat, tambahkan aquades kemudian saring dengan kertas saring Whatman 40. Masukkan ke dalam labu takar 50 ml. Encerkan sampai tanda batas, lalu ukur dengan menggunakan AAS.

### **Pembuatan larutan standar Pb (SNI 6989.8:2009)**

Dibuat larutan baku timbal 50mg/L dengan mengambil 0,25ml larutan standar Pb 1000mg/L, masukkan ke dalam labu takar 50ml, tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

Buat deret larutan kerja dengan satu blanko dan minimal tiga kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran. Korelasi kurva regresi minimal 0,995.

### **Pembuatan larutan standar Cd (SNI 6989.16:2009)**

Dibuat larutan baku kadmium 50mg/L dengan mengambil 0,25ml larutan standar Cd 1000mg/L, masukkan ke dalam labu takar 50ml, tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

Buat deret larutan kerja dengan satu blanko dan minimal tiga kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran. Korelasi kurva regresi minimal 0,995.

### **Validasi metoda**

Lakukan analisis duplo untuk sampel. Jika Perbedaan Persen Relatif (RPD) lebih besar dari 10%, maka dilakukan pengukuran selanjutnya hingga diperoleh nilai RPD kurang dari atau sama dengan 10%.

$$\% RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran}) / 2} \right| \times 100\%$$

Lakukan control akurasi dengan spike matrix. Kisaran persen temu balik untuk spike matrix adalah 85% - 115%.

$$\% R = \left( \frac{A - B}{C} \right) \times 100\%$$

Keterangan :

A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (spike) (mg/L)

B adalah kadar contoh uji (mg/L)

C adalah kadar standar yang ditambahkan (target value) (mg/L)

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil Penelitian

#### Pengeringan Sampel Rumput

Dipotong-potong sampel rumput kemudian dimasukkan dalam oven dipanaskan pada suhu 1050C selama 2 jam sesuai gambar berikut :



Gambar 1. Proses oven

#### Destruksi Kering dan Destruksi Basah

Destruksi basah dilakukan dengan cara menimbang sejumlah sampel pada gelas beker, yaitu dengan komposisi berat 0.25 g, lalu tambahkan pelarut asam kuat asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ). Destruksi dengan menggunakan kompor sampai kesat, lalu tambahkan pelarut lagi lakukan sampai 3 kali pemberian pelarut. Setelah kesat, tambahkan dengan aquades, lalu saring dengan menggunakan kertas saring Whatman 40, masukkan ke dalam labu takar 50 ml. Lalu encerkan sampai tanda batas.

Destruksi kering cara pengerjaannya hampir sama dengan destruksi terbuka, namun sebelumnya sampel dibuat menjadi abu dahulu. Ditimbang sejumlah berat dengan komposisi berat 0.25 g, masukkan ke dalam krus porselein, dipanaskan sampai menjadi abu, lalu tambahkan pelarut asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ). Dipanaskan kembali sampai kesat, tambahkan aquades kemudian saring dengan kertas saring Whatman 40. Masukkan ke dalam labu takar 50 ml. Encerkan sampai tanda batas.



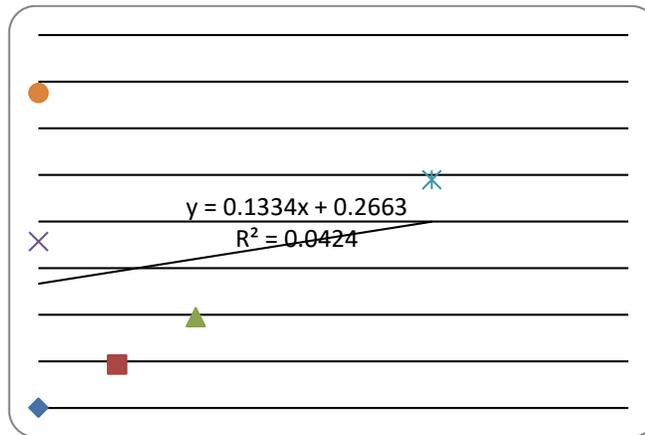
Gambar 2. Proses Furnace



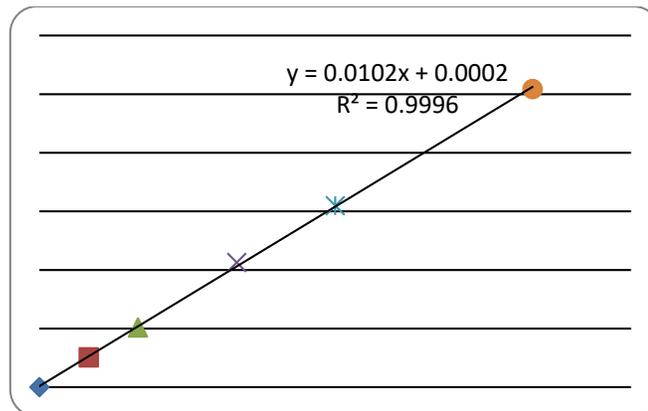
Gambar 3. Proses pemanasan

**Pembuatan Larutan Standar Cd dan Pb**

Dibuat minimal 3 titik deret standar kurva regresi linear untuk masing-masing logam Cd dan Pb.



**Gambar 4.** Kurva standar cadmium (Cd)



**Gambar 5.** Kurva standar timbal (Pb)

**Hasil Validasi Metoda**

Hasil penelitian yang diperoleh dari pembacaan kadar logam Cd dan Pb setelah destruksi kering dan destruksi basah dengan alat AAS didapatkan sesuai tabel berikut :

**Tabel 1.** Data hasil penelitian.

No	Logam	Destruksi Kering			Destruksi Basah		
		Kadar (ppm)	% RPD	% R	Kadar (ppm)	% RPD	% R
1	Kadmium (Cd)	0,188	0	110	0,155	6,25	129
2	Timbal (Pb)	0,346	8,3	103	0,054	6,82	128

**Pembahasan**

**Pengeringan Sampel Rumpuk**

Penentuan logam kadmium (Cd) dan timbal (Pb) dalam tanaman rumput dengan alat Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS) telah dilakukan di Laboratorium Terpadu Universitas Islam Indonesia. Sampel tanaman rumput diambil dari lingkungan sekitar tempat penyimpanan limbah laboratorium.

Langkah pertama persiapan sampel untuk pengujian adalah dengan menghilangkan kadar air dalam tanaman rumput. Langkah ini dilakukan dengan memanaskan sampel tanaman rumput dalam oven dengan suhu 1050C selama 2 jam. Tujuan menghilangkan kadar air ini supaya logam yang akan ditentukan lebih optimal untuk tahap selanjutnya yaitu destruksi basah dan destruksi kering.

### **Destruksi Kering dan Destruksi basah**

Destruksi kering memakan waktu yang lebih lama daripada destruksi basah, hal ini disebabkan proses furnace atau pengabuan sampel rumput. Akan tetapi dengan proses destruksi kering yang lebih lama ini membuat komposisi sampel lebih murni daripada destruksi basah karena pengaruh kandungan senyawa organik berpengaruh terhadap komposisi sampel. Dengan destruksi kering yang menggunakan suhu tinggi selama proses furnace membuat senyawa organik yang terkandung dalam sampel rumput teruapkan hingga jadi abu. Sedang pada destruksi basah dimungkinkan senyawa organik masih ada, karena suhu pemanasan tidak setinggi suhu furnace.

### **Pembuatan Larutan Standar Pb dan Cd**

Pembacaan standar logam sesuai dengan SNI diharapkan memperoleh kurva regresi dengan korelasi minimal 0,995. Untuk logam kadmium (Cd) dan timbal (Pb) didapatkan korelasi yang sama, yaitu 0,999.

### **Validasi Metoda**

Dengan metoda destruksi kering didapatkan kadar logam kadmium (Cd) dalam sampel tanaman rumput sebesar 0,188 mg/L dengan perbedaan persen relative (% RPD) 0% dan recovery (% R) sebesar 110%. Hasil ini sesuai dengan syarat penjaminan mutu sesuai SNI yaitu % RPD harus dibawah 10% dan % R diantara 85 % - 115 %. Didapatkan 0 % RPD dikarenakan dari dua kali pembacaan (duplo) diperoleh kadar kadmium yang sama yaitu 0,188 mg/L. Untuk kadar logam timbal (Pb) dalam sampel tanaman rumput dalam penelitian ini diperoleh sebesar 0,346 mg/L dengan % RPD sebesar 8,3% dan % R sebesar 103%. Hasil ini juga sudah masuk dari syarat penjaminan mutu SNI.

Kadar logam kadmium (Cd) dalam tanaman rumput dengan metoda destruksi basah didapatkan 0,155 mg/L dengan % RPD sebesar 6,25% dan % R sebesar 129%. Nilai recovery ini diluar batas sesuai penjaminan mutu SNI karena di atas batas range 115%. Untuk kadar logam timbal (Pb) dengan destruksi basah didapatkan 0,054 mg/L dengan % RPD sebesar 6,82% dan % R sebesar 128%. Nilai recovery untuk logam Pb ini juga diluar batas penjaminan mutu SNI.

Perbandingan hasil dua metoda destruksi kering dan basah di atas menunjukkan bahwa untuk metoda destruksi kering seluruh parameter yang dipersyaratkan dalam jaminan mutu sudah sesuai dengan SNI. Sedangkan untuk metoda destruksi basah ada satu parameter yang tidak sesuai dengan jaminan mutu SNI, yaitu nilai recovery. Kadar logam Cd dan Pb dari kedua metoda destruksi juga menunjukkan bahwa destruksi kering lebih besar daripada destruksi basah yang berarti lebih optimal metoda destruksi kering.

## **KESIMPULAN DAN SARAN**

### **Kesimpulan**

Validasi metoda penentuan logam dalam tanaman rumput dengan destruksi kering lebih optimal daripada destruksi basah. Penentuan validasi berdasarkan syarat jaminan mutu SNI mulai

dari korelasi standar, kadar logam, perbedaan persen relative (% RPD) dan persen temu balik (% R). Sesuai tujuan penelitian ini didapatkan bahwa destruksi kering yang dianjurkan untuk preparasi sampel rumput.

### **Saran**

Penelitian ini menggunakan sampel tanaman rumput yang merupakan sampel organik, saran dari peneliti untuk penelitian ini yang dimungkinkan bisa dilakukan penelitian dengan sampel organik lain sebagai pembanding. Untuk penelitian sejenis peneliti sarankan dilakukan dengan kadar logam selain kadmium dan timbal juga bisa dilakukan. Penelitian lanjutan dari penelitian ini saran peneliti dengan variasi perlakuan metoda destruksi sehingga diharapkan mendapat hasil yang lebih optimal.

### **DAFTAR PUSTAKA**

- Kohar, I., Hardjo, P.H., Jonatan, M. dan Agustanti, O., (2004), Studi Kandungan Logam Pb Dalam Batang Dan Daun Kangkung Yang Direbus Dengan Penambahan NaCl dan Asam Asetat, Makara Sains, Vol 8, No.3, 85-88.
- Mulyani, O., (2007), Membandingkan Dua Metoda Destruksi Pada Sampel Tanah, Tesis, Bandung: Program Studi Kimia Institut Teknologi Bandung.
- Ogundiran, M.B., D.T. Ogundele., P.G. Afolayan, dan O. Osibanjo, (2012), Heavy Metals levels in forage grasses, leachate and lactating cows reared around lead slag Dumpsites in Nigeria, International Journal of Environmental Research, 6(3):695-702.
- Rangkuti, M.N.S., (2002), Kandungan Logam Berat Timbal dalam Daun dan Kulit Kayu Tanaman Kayu Manis pada Sisi Kiri Jalan Tol Jagorawi, BioSmart, Volume 6, No.2, 143-146.
- SNI 6989.8, (2009), Air dan air limbah – Bagian 8: Cara uji timbal (Pb) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – Nyala, BSN, Hal:4.
- SNI 6989.16, (2009), Air dan air limbah – Bagian 16: Cara uji kadmium (Cd) secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – Nyala, BSN, Hal:4.