

## PERBANDINGAN KINERJA ANALITIK HASIL PENENTUAN ION LOGAM Pb DENGAN MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM DI BERBAGAI LABORATORIUM SAMARINDA

### COMPARISON OF ANALYTIC PERFORMANCE OF RESULTS OF DETERMINATION OF Pb METAL IONS USING ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER of VARIOUS in SAMARINDA LABORATORIES

Arifin Syam Surya\*, Bohari Yusuf, Aman Sentosa Panggabean

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Mulawarman, Samarinda

\*Corresponding Author: Arifinsyam93@gmail.com

Submitted : 24 Februari 2020

Accepted : 15 Maret 2021

#### ABSTRACT

The study about the comparison of analytical performance of the determination of Pb metal ions using Atomic Absorption Spectrophotometer in various laboratories in samarinda has been conducted. The validated methods are linearity, detection limits, quantity, and precision limits. The results showed, a standardized regression test obtained by laboratory A, a value of  $R^2 \geq 0.4103$ , laboratory B a value of  $R^2 \geq 0.983$ , and laboratory C, a value of  $R^2 \geq 0.000$ . The detection limit found at laboratory A was  $0.6728 \mu\text{g/L}$ , laboratory B was  $0.1989 \mu\text{g/L}$  and laboratory C was  $0.0001 \mu\text{g/L}$ . The quantization limit obtained by laboratory A was  $0.6817 \mu\text{g/L}$ , laboratory B was  $0.6063 \mu\text{g/L}$  and laboratory C was  $0.0001 \mu\text{g/L}$ . The precision test of laboratory A was 7.2208, laboratory B was 5.4557, and laboratory C was 0,000. The result of determining Pb of gas station soil samples in laboratory A is  $0.737 \mu\text{g/L}$  and laboratory B is  $0.391 \mu\text{g/L}$ , so that means they have exceeded the quality standards set by the Indonesian National Standard (INS).

**Keywords:** Method validation, lead, gas station soil, Atomic Absorption Spectrophotometer.

#### PENDAHULUAN

Tanah merupakan tempat tumbuh dan penyedia unsur hara pada tanaman. Tanah mampu menyediakan air dan berbagai macam unsur hara dalam bentuk makro ataupun mikro. Ketersediaan kandungan unsur hara pada tanah, ditentukan oleh kandungan bahan organik tanah (BOT) dan kelengkapan tanah. Atas dasar kandungan bahan organik, biasanya dikenal dua kelompok tanah yaitu tanah mineral dan tanah organik/gambut[1].

Senyawa Pb yang terdapat di badan perairan dapat dijumpai sudah berbentuk ion-ion divalen atau ion-ion tertavalen ( $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{4+}$ ). Ion Pb tertavalen memiliki kemampuan toksik yang tinggi bila dibandingkan dengan ion Pn divalen, timbal bersifat toksik bagi semua organisme hidup, bahkan juga sangat berbahaya untuk manusia[2,3].

Secara alami tanah telah mengandung berbagai unsur logam, unsur-unsur logam dominan adalah Si, Al, Fe, Ca, Na, K, Mg, unsur – unsur

logam pada tanah ini berasal dari pelapukan batu-batuan (batuan induk), dan keberadaan unsur ini akan besar pengaruhnya terhadap sifat fisik dan kimia tanah[4].

Validasi adalah konfirmasi melalui pengujian dan penyediaan bukti objektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud khusus dipenuhi. Laboratorium harus memvalidasi metode tidak baku, metode yang desain / dikembangkan laboratorium, metode baku yang dilakukan pada luar lingkup yang dimaksud, dan pengetahuan (*amplification*) serta metode baku yang dimodifikasi untuk mengkonfirmasi bahwa metode itu sesuai dengan penggunaan yang dimaksud. Validasi harus sesuai dengan kebutuhan penerapan yang ditetapkan atau bidang penerapan.<sup>[5]</sup> Hasil yang didapatkan dari laboratorium haruslah di rekam sebagai dokumen, prosedur yang dipakai untuk validasi, dan pernyataan hasil yang diperoleh, prosedur yang dilakukan untuk validasi, dan penjelasan bahwa

metode tersebut benar untuk pemanfaatan yang di maksud[6,7].

## METODOLOGI PENELITIAN

### Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: *beaker glass*, labu erlemeyer, spatula, batang pengaduk, labu takar 1000 mL, labu takar 100 mL, pipet mikro, neraca analitik, ayakan 60 mesh, pipet tetes, lemari asam, oven, *hot plate*, seperangkat alat *wet digester* B-440 dan seperangkat alat *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). (Laboratorium A : SavantAA GBC), (Laboratorium B : Shimadzu AA-7000), (Laboratorium C : Shimadzu AA-6200).

### Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu: sampel tanah, larutan HCL pekat, larutan HNO<sub>3</sub> pekat, *aquadest*, kertas saring dan larutan standar Pb 1000mg/L.

### Prosedur Penelitian

#### Pembuatan Larutan Induk Pb 1000 mg/L

Larutan induk timbal (Pb) dibuat dari Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> yang memiliki massa molekul relatif 331.21 g/mol. Sebanyak 0.6 gram Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> dilarutkan dengan *aquadest* ke dalam beaker 50 mL, kemudian dipindahkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan *aquadest* sampai betas sehingga diperoleh larutan induk timbal dengan konsentrasi 1000 mg/L.

#### Pembuatan Larutan Standar Pb 5 mg/L

Larutan induk Pb 1000 mg/L dipipet sebanyak 10 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan *aquadest* hingga tanda tera dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan standar Pb dengan konsentrasi 100 mg/L. Selanjutnya diambil 5 mL larutan standar Pb 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan *aquadest* sampai tanda tera dan dihomogenkan sehingga diperoleh larutan standar Pb dengan kadar 5 ml/L.

### Destruksi Basah Sistem Tertutup Sampel Tanah

Metode destruksi basah sistem tertutup dengan menggunakan alat *wet digester* dulakukan dengan cara menimbang 1 gram sampel pada cawan lalu ditambahkan masing-masing pelarut asam HNO<sub>3</sub> pekat sebanyak 4 mL dan *aqua regia*.

Destruksi dengan menggunakan *wet digester* pada suhu 250°C selama 2 jam. Keluarkan sampel dari *wet digester* lalu didinginkan. kemudian ditambahkan pelarut lalu dipanaskan pada suhu 100°C selama 20 menit dan didinginkan. Selanjutnya ditambahkan dengan *aquadest* lalu disaring dengan menggunakan kertas saring. Kemudian ditambahkan larutan standar Pb 5 mg/L sebanyak 5 mL lalu dihomogenkan. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL dan encerkan sampai tanda batas lalu diukur absorbansi logam timbal dengan AAS[8].

### Penyiapan Sampel Air (Kontrol)

Sebanyak 10 mL larutan standar Pb 1000 mg/L dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan *aquadest* samapai tanda tera sehingga diperoleh larutan standar Pb 100 mg/L. Selanjutnya dipipet sejumlah 5 mL sebanyak 5 kali larutan standar Pb 100 mg/L dan dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan *aquadest* sampai tanda tera sehingga diperoleh larutan standar Pb dengan konsentrasi 5 mg/L sebanyak lima kali. Masing-masing larutan standar tersebut diukur sebanyak 20 mL dan diukur absorbansinya dengan AAS pada panjang gelombang 283,3 nm.

### Penentuan Kurva Kalibrasi Standar

Sebanyak 10 mL larutan standar Pb 1000 mg/L dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan *aquadest* samapai tanda tera sehingga diperoleh larutan standar Pb 100 mg/L. Selanjutnya dipipet sejumlah 1, 3, 7, 9 dan 15 mL larutan standar Pb 100 mg/L dan dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian ditambahkan *aquadest* sampai tanda tera sehingga diperoleh larutan standar Pb dengan konsentrasi 1, 3, 7, 9 dan 15 mg/L. Masing-masing larutan standar tersebut diukur sebanyak 20 mL dan diukur absorbansinya dengan AAS pada panjang gelombang 283,3 nm. Selanjutnya dibuat kurva standar yang menghubungkan absorbansi dengan konsentrasi dari masing-masing larutan standar.

### Penentuan Konsentrasi Logam Pb Dalam Sampel

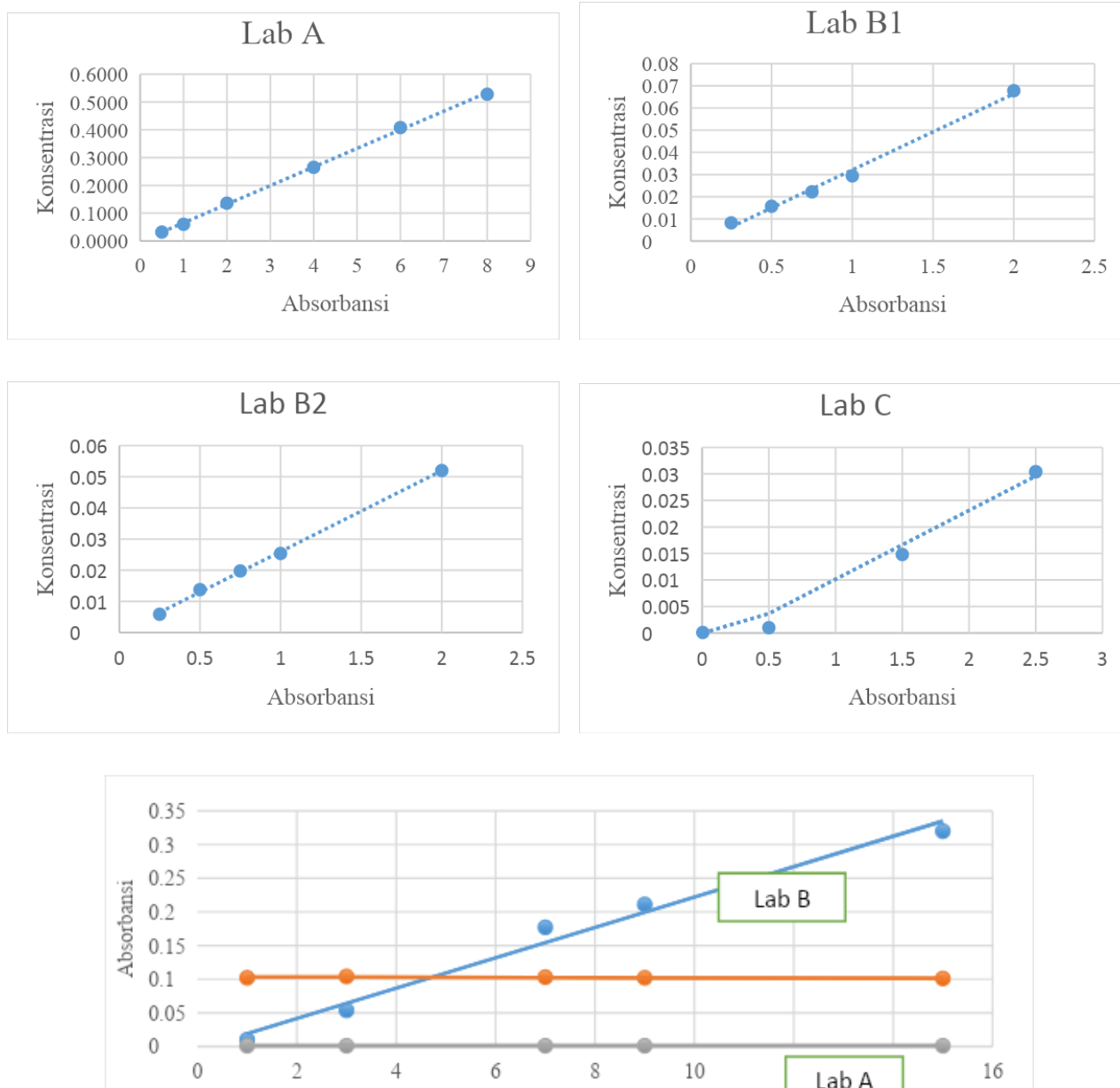
Larutan hasil destruksi yang telah dibuat, diamati absorbansinya dengan menggunakan AAS. Untuk mendapatkan sensitivitas maksimum maka pengukuran logam Pb dilakukan pada panjang

gelombang 283.3 nm. Kemudian dihitung konsentrasi logam Pb masing-masing sampel dengan rumus regresi yang telah didapat.

### HASIL DAN PEMBAHASAN Perbandingan Regresi Linier

Pada perbandingan regresi linier ini menggunakan kurva kalibrasi Pb di masing-masing laboratorium yaitu laboratorium A, B dan C, dengan

variasi ditentukan oleh masing-masing laboratorium, Didapatkan bahwa hubungan antara konsentrasi dan absorbansi larutan standar Pb, diperoleh kurva hubungan antara konsentrasi dan absorbansi atau grafik linieritas yang dapat dilihat pada gambar berikut:



**Gambar 1.** Perbandingan regresi linier konsentrasi Pb pada berbagai laboratorium

Kurva kalibrasi yang di hasilkan dari grafik Lab A memiliki persamaan regresi  $y = 0,0669x - 0,0017$  dengan nilai  $R^2 = 0,9993$ . Nilai  $R^2 = 0,9993$  menyatakan bahwa adanya korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dan absorbansi.

Kurva kalibrasi yang di hasilkan dari grafik Lab B1 memiliki persamaan regresi  $y = 0,0343x - 0,0022$  dengan nilai  $R^2 = 0,9931$ . Nilai  $R^2 = 0,9931$  menyatakan bahwa adanya korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dan absorbansi.

Kurva kalibrasi yang di hasilkan dari grafik Lab B2 memiliki persamaan regresi  $y = 0,026x - 3 \times 10^{-6}$  dengan nilai  $R^2 = 0,9988$ . Nilai  $R^2 = 0,9988$  menyatakan bahwa adanya korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dan absorbansi.

Kurva kalibrasi yang di hasilkan dari grafik Lab C memiliki persamaan regresi  $y = 0,013x - 0,0028$  dengan nilai  $R^2 = 0,9777$ . Nilai  $R^2 = 0,9777$  menyatakan bahwa adanya korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dan absorbansi[9].

### Perbandingan dengan Regresi Standar

Tahap pendahuluan untuk uji garis regresi standar adalah pembuatan larutan standar. Larutan standar dibuat dengan melarutkan larutan induk timbal lalu di buat konsentrasi yaitu 1, 3, 5, 7, 9 dan 15 mg/L, pemilihan rentang konsentrasi tersebut diharapkan dapat memenuhi hasil uji larutan sampel pada saat dilakukan pengujian sampel.

Laboratorium A memperoleh nilai persamaan garis  $y = -0,0001x + 0,1033$  dengan nilai  $R^2 = 0,4103$  menyatakan bahwa adanya korelasi yang tidak kuat antara konsentrasi dan absorbansi.

Laboratorium B memperoleh nilai persamaan garis  $y = 0.0226x - 0.0036$ . dengan nilai  $R^2 = 0,983$  menyatakan bahwa adanya korelasi yang sangat kuat antara konsentrasi dan absorbansi.

Laboratorium C memperoleh nilai persamaan garis  $y = 0,0001x$  dengan nilai  $R^2 = 0$  menyatakan bahwa adanya korelasi yang tidak kuat antara konsentrasi dan absorbansi.

### Perbandingan LOD dan LOQ

Hasil uji *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantity* (LOQ) dilakukan secara statistik menggunakan kurva standar Pb. Kemudian ditentukan beberapa kriteria yaitu simpangan baku, LOD dan LOQ pada tabel berikut:

Tabel 1. Penemtuan LOD dan LOQ lab A

n	Konsentrasi (x)	Absorbansi (y)	yi	(y-yi) <sup>2</sup>
1	1	0.102	0.1031	$1.21 \times 10^{-06}$
2	3	0.104	0.1027	$1.69 \times 10^{-06}$
3	7	0.103	0.1019	$1.21 \times 10^{-06}$
4	9	0.102	0.1015	$2.5 \times 10^{-07}$
5	15	0.101	0.1003	$4.9 \times 10^{-07}$
<b>Jumlah</b>	35	0.512	0.5095	$4.85 \times 10^{-06}$
<b>LOD</b>		0.6728 µg/L		
<b>LOQ</b>		0.6817 µg/L		

Tabel 2. Penentuan LOD dan LOQ lab B

n	Konsentrasi (x)	Absorbansi (y)	yi	(y-yi) <sup>2</sup>
1	1	0.0101	-0.0002	$1,0609 \times 10^{-3}$
2	3	0.0536	0.0592	$1,0609 \times 10^{-4}$
3	7	0.177	0.178	$0,1 \times 10^{-5}$
4	9	0.211	0.2374	$0,69696 \times 10^{-3}$
5	15	0.32	0.4156	$0,913936 \times 10^{-2}$
<b>Jumlah</b>	35	0.7717	0.89	$0,997477 \times 10^{-2}$
<b>LOD</b>		0,1989 µg/L		
<b>LOQ</b>		0.6063 µg/L		

Dari tabel 1, diketahui bahwa nilai metode batas limit deteksi dari penentuan Timbal pada Tanah di sekitar pom bensin menggunakan alat spektrofotometer serapan atom, diperoleh nilai LOD sebesar 0,6728 µg/L dan limit kuantitasnya adalah sebesar 0.6817 µg/L.

Dari tabel 2, diketahui bahwa nilai metode batas limit deteksi dari penentuan Timbal pada Tanah di sekitar pom bensin menggunakan alat spektrofotometer serapan atom, diperoleh nilai LOD sebesar 0,1989 µg/L dan limit kuantitasnya adalah sebesar 0.6063 µg/L. LOD dan LOQ merupakan

konsentrasi analit terendah dan kuantitas terkecil yang dapat ditetapkan oleh suatu metode dengan diaplikasikan secara lengkap pada metode yang digunakan dengan kondisi yang disepakati di laboratorium uji[10].

### Perbandingan Uji Presisi

Perbandingan Uji Presisi menggunakan sampel standar 5 µg/L sebanyak 5 kali pengulangan pada sampel. Pengulangan ini dilakukan untuk menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual.

**Tabel 3.** Perbandingan Uji presisi

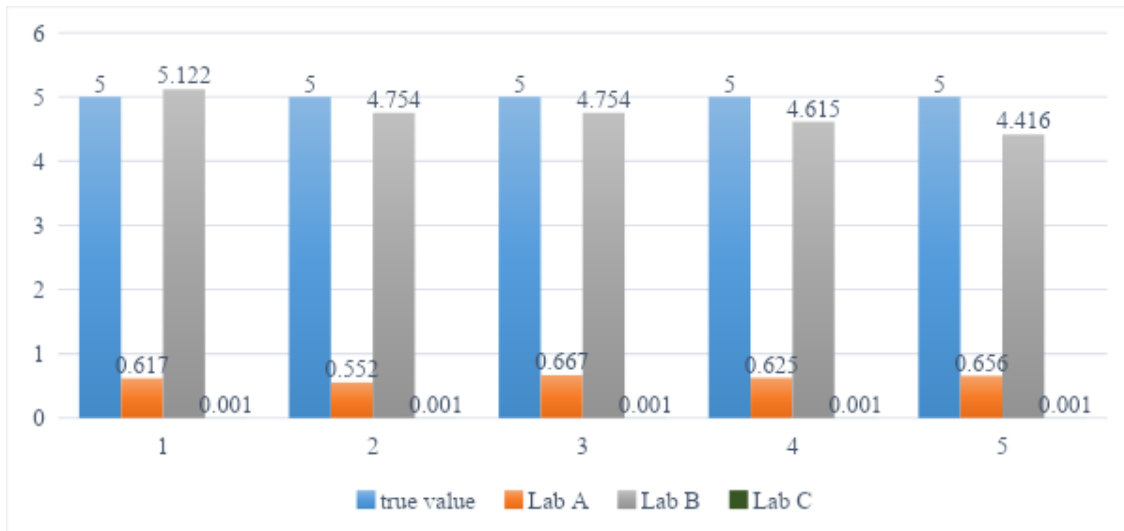
Sampel	Lab A	Lab B	Lab C
Sampel 5 ppm	0.617 ppm	5.122 ppm	0.001 ppm
Sampel 5 ppm	0.552 ppm	4.754 ppm	0.001 ppm
Sampel 5 ppm	0.667 ppm	4.754 ppm	0.001 ppm
Sampel 5 ppm	0.625 ppm	4.615 ppm	0.001 ppm
Sampel 5 ppm	0.656 ppm	4.416 ppm	0.001 ppm
SD	0.0504	0.0413	0.0000
AVG	0.6234	4.7322	0.001
RSD	7.2208	5.4557	0.0000

Dari uji presisi ini didapatkan juga nilai rata-rata Lab A sebesar 0,6234, kemudian Lab B sebesar 4,7322, dan Lab C sebesar 0,001, yang di mana apabila nilai rata-rata mendekati dengan nilai standar 5 ppm maka uji presisi akan sangat baik, dapat dilihat bahwa data yang di peroleh hasil uji presisi dari Lab A diantaranya RSD dengan hasil yang di dapatkan berkisar sebesar 7,2208 µg/L, kemudia lab B yang di dapatkan sebesar 5,4557, dan lab C yang didapatkan sebesar 0,0000, di mana nilai RSD mempengaruhi tingkat presisi dari pengukuran, seakin kecil nilai RSD maka semakin presisi instrument tersebut dalam menganalisa.

### Perbandingan dengan uji (*True Value*)

Perbandingan uji (*True Value*) dilakukan secara berulang dengan sampel yang sama yaitu 5ppm

bertujuan untuk mengetahui hasil uji yang di baca oleh instrument Spektrofotometer serapan atom dengan sampel standar 5 ppm. Dapat kita lihat dari grafik 3, pada pengujian ini dilakukan menggunakan sampel 5 ppm sebanyak 5 kali pengulangan yang dimana Lab A didapatkan konsentrasi 0,617 ppm ; 0,552 ppm ; 0,667 ppm ; 0,625 ppm ; dan 0,656 ppm, yang berarti laboratorium A analisa persampel menjauhi dari nilai konsentrasi standar 5 ppm, kemudian laboratorium B didapatkan konsentrasi 5,122 ppm ; 4,754 ppm ; 4,754 ppm ; 4,615 ppm, 4,416 ppm, yang berarti laboratorium B Analisa persampel mendekati dari nilai konsentrasi standar 5 ppm, dan laboratorium C didapatkan konsentrasi 0,001 ppm ; 0,001 ppm ; 0,001 ppm ; 0,001 ppm ; 0,001 ppm.



Gambar 3. Perbandingan Uji (True Value)

### Perbandingan Uji Sampel Tanah Pom Bensin

Dari tabel 4, kandungan logam pada sampel tanah di sekitar pom bensin sudah sangat tercemar oleh logam Pb, dimana pada laboratorium A kadar terendah adalah 0,420 ppm dan kadar tertinggi

adalah 0,732 ppm, kemudian pada laboratorium B kadar terendah yaitu 0,227 ppm dan kadar tertinggi adalah 0,344 ppm, yang berarti telah melewati ambang batas standar nasional indonesia (SNI) yaitu 0,07 ppm untuk logam Pb dalam tanah[11].

Tabel 4. Data hasil Analisis Pb pada Sampel Tanah

Sampel	Laboratorium A	Laboratorium B	Laboratorium C
Sampel 1	0.427 ppm	0.319 ppm	0.001 ppm
Sampel 2	0.429 ppm	0.344 ppm	0.001 ppm
Sampel 3	0.42 ppm	0.291 ppm	0.001 ppm
Sampel 4	0.472 ppm	0.344 ppm	0.001 ppm
Sampel 5	0.537 ppm	0.337 ppm	0.001 ppm
Sampel 6	0.654 ppm	0.337 ppm	0.001 ppm
Sampel 7	0.527 ppm	0.288 ppm	0.001 ppm
Sampel 8	0.587 ppm	0.227 ppm	0.001 ppm
Sampel 9	0.732 ppm	0.307 ppm	0.001 ppm
Sampel 10	0.723 ppm	0.288 ppm	0.001 ppm
<b>AVG</b>	0.5508	0.3082	0.001
<b>SD</b>	0.120	0.037	0.000

### KESIMPULAN

Adapun kesimpulan pada penelitian perbandingan kinerja analitik hasil penentuan ion logam pb dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom di berbagai laboratorium samarinda dimana dengan kandungan logam berat tertinggi pada hasil analisa Laboratorium A yaitu (0,732 ppm) dan hasil analisis laboratorium B yaitu (0,344 ppm) Berdasarkan nilai ambang batas pada tanah yang di tetapkan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI)

untuk Logam Pb (0,07 ppm), maka tingkat pencemaran pada lokasi tersebut sudah termasuk dalam katagori tercemar oleg logam berat. Hasil yang telah didapat pada masing-masing laboratorium dipengaruhi oleh factor LOD, LOQ dan perlakuan sampel dari masing-masing laboratorium berbeda, sehingga hasil Analisa yang di dapat dari masing-masing laboratorium berbeda.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Mustafa, M. (2012). *Modul Pembelajaran Dasar-dasar Ilmu Tanah*. Universitas Hasanuddin Makasar.
- [2] Koestore. (1995). *Kimia dan ekotoksilogi pencemaran*. Jakarta: UI-Press
- [3] Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksislogi Logam Berat*. Penerbit PT. Rineka Cipta. Jakarta: Cetakan pertama.
- [4] Alloway, B. (1995). *Heavy Metals in Soils Blackie Academic & Professional*. London.
- [5] Panggabean A S, Silaban H S, Pasaribu S P, and Alimuddin (2019). ethod validation of Cd (II) determination in lubrication oil by direct dilution method using atomic absorption spectrophotometer. Samarinda: *Journal of Physics*
- [6] Day, R.A dan Underwood, A. (1986). *Analisis kimia kuantitatif* (Edisi Kelima). Jakarta: Erlangga.
- [7] Napitupulu R M, Julia R R D, Panggabean A S. (2019). Validasi metode penentuan mn dalam oli Lubrikan Dengan Metode Pengenceran Langsung Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Samarinda: *Indonesian journal of Chemical Research Vol 6 No 2*
- [8] Suwansa S., Buchari B., Panggabean A. S. (2008). Pengembangan Metode Prakonsentrasi dengan Teknik Injeksi Air untuk Analisis  $\text{Cu}^{2+}$  dan  $\text{Pb}^{2+}$  dalam Air Aliran Sungai Citarum dan Waduk Saguling. Samarinda: *Jurnal Matematika dan Sains Vil 13 No 3*.
- [9] Panggabean, A. S., Pasaribu, S., Bohari, Nurhasanah, 2014, Preconcentration of Chromium (VI) at Trace Levels Using Acid Alumina Resin With Column Method, *Indones. J. Chem.*, 14(1), 51–56.
- [10] Iskandar B., Panggabean A. S, Kartika R. (2017). Validasi Metode Penentuan Arsenik pada Sampel Air Sumur Bor dengan Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom di PT. Geoservices Balikpapan. Samarinda: *Prosiding Seminar Nasional Kimia*
- [11] Badan Standarisasi Nasional. *Standar Nasional Indonesia Bahan Beracun dan Berbahaya (B3)*, 2004.