

Verifikasi Metode Penentuan Kadar Timbal (Pb) pada Sampel Udara Ambien Menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES)

Zulfa Afifah¹, Kurniyawan², Thorikul Huda^{1*}

¹Diploma Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Indonesia

²PT Karsa Buana Lestari, Jl. Bintaro Permai Raya Kav III/8 RT/RW 001/006, Bintaro, Pesanggrahan, Jakarta Selatan 12330

* corresponding author : thorikul.huda@uii.ac.id

DOI : 10.20885/ijca.vol2.iss2.art5

ARTIKEL INFO

Received : 27 Agustus 2019

Revised : 09 September 2019

Published : 23 September 2019

Kata kunci : Udara ambien, logam timbal (Pb), ICP-OES, verifikasi

ABSTRAK

Telah dilakukan analisa uji logam timbal (Pb) pada udara ambien yang mengacu pada SNI 7119-4:2017 menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES). Verifikasi metode ini untuk mengetahui nilai linieritas, presisi, akurasi, dan limit deteksi, serta mengetahui kadar timbal (Pb) dalam udara ambien. Hasil pengujian kadar logam timbal (Pb) diperoleh hasil yaitu 0,1840 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$. Hasil tersebut menunjukkan bahwa udara ambien aman untuk lingkungan, karena dibawah ambang batas yang ditetapkan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 41 Tahun 1999. Verifikasi metode udara ambien diperoleh hasil yang baik dengan linieritas 0,999; presisi *low range* 2,71% dan *high range* 7,32%; akurasi yang tinggi berdasarkan nilai %trueness *low range* 100,74% dan *high range* 104,95% serta limit deteksi IDL, MDL, dan LoQ yaitu 0,0001 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$; 0,0012 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$; dan 0,0042 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$. Berdasarkan data tersebut maka metode ini layak digunakan untuk analisis secara rutin dan sesuai dengan penggunaannya karena memiliki hasil pengujian yang baik.

1. PENDAHULUAN

Udara merupakan komponen yang sangat penting bagi kehidupan makhluk hidup. Kualitas udara perlu diperhatikan seiring meningkatnya aktivitas industri, pembangunan, dan kendaraan bermotor. Kontribusi pencemaran udara terbesar berasal dari emisi gas buang kendaraan bermotor dengan bahan pencemar yang ditimbulkan berupa gas maupun partikulat seperti karbon monoksida-CO, hidrokarbon-HC, *particulate matter*-PM dan nitrogen oksida-NO_x [1]. Salah satu komponen PM yang dihasilkan dari proses pembakaran bahan bakar kendaraan bermotor yaitu timbal (Pb)[2].

Timbal (Pb) merupakan salah satu jenis polutan logam berat yang banyak terakumulasi pada lingkungan. Hampir semua logam berat termasuk Pb dapat mengganggu kesehatan manusia dan biota karena dalam jumlah yang masih sedikit saja dapat menimbulkan dampak keracunan [3]. Timbal (Pb) mempunyai sifat toksik sehingga absorpsi timbal dalam tubuh dapat menyebabkan gangguan pada paru-paru, hati, jantung, dan otak[4]. Berdasarkan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 41 Tahun 1999 kadar logam timbal (Pb) dalam udara ambien yaitu 2 $\mu\text{g}/\text{Nm}^3$ [5].

Metode analisa timbal (Pb) pada udara ambien yaitu dengan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) yang mengacu pada SNI 7119-4:2017. Metode lain yang dapat digunakan untuk penentuan logam timbal (Pb) pada udara ambien yaitu metode spektrofotometri serapan atom (SSA)[6]. Kelebihan metode *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) dibandingkan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) yaitu mempunyai kemampuan analisis multi elemen, mampu membaca semua unsur logam, tingkat selektifitas tinggi, akurasi tinggi, dan batas deteksi rendah [7].

Analisis logam timbal (Pb) dalam contoh uji harus memperoleh hasil yang valid. Validitas hasil pengujian dapat dilakukan dengan cara memverifikasi metode tersebut. Verifikasi metode dilakukann untuk membuktikan bahwa laboratorium mampu melakukan pengujian metode tersebut, karena kemampuan alat dan instrumen yang digunakan setiap laboratorium berbeda-beda. Verifikasi metode merupakan proses untuk mendapatkan informasi penting dalam menilai kemampuan dan kelemahann dari metode yang digunakan. Pengukuran parameter yang lakukan dalam verifikasi metode penentuan timbal (Pb) pada udara ambien menggunakan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) untuk memperoleh validitas metode yaitu linieritas, presisi, akurasi, dan limit deteksi.

2. METODE

2.1. Alat

Peralatan yang digunakan pada penelitian ini meliputi peralatan gelas, *High Volume Air Sampler* (HVAS), instrumen *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES), pemanas listrik, neraca analitik OHAUS, kertas saring whatman No. 41, dan pro pipet.

2.2. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini, meliputi sampel udara ambien, akuades, larutan HCl (1:2), H₂O₂ pekat, larutan HNO₃ (2:29), standar multi elemen 1000 µg/mL, dan kertas filter.

2.3. Prosedur Kerja

2.5.1 Pembuatan Larutan Standar Logam Timbal (Pb) 100 µg/mL

Standar logam timbal (Pb) 1000 µg/mL dipipet sebanyak 10 mL kedalam labu ukur 100 mL. Larutan ditepatkan dengan larutan HNO₃ 5% sampai tanda tera dan dihomogenkan.

2.5.2 Pembuatan Larutan Kerja Logam Timbal (Pb)

Larutan baku timbal 100 µg/mL dibuat deret larutan kerja dengan konsentrasi 0; 0,4; 0,6; 0,8; 1; 2; 3; 4; 5; dan 6 µg/mL pada labu ukur 50 mL. Larutan kerja masing-masing diukur serapan dengan ICP-OES pada panjang gelombang 285,353 nm.

2.5.3 Persiapan Contoh Uji

Kertas filter terpapar debu diukur dan dicatat panjang dan lebarnya, kemudian dibagi menjadi 4 bagian dan dicatat luasnya. Kertas filter diambil satu bagian dan dipotong kecil-kecil dalam gelas piala 250 mL. Potongan kertas filter kemudian ditambah dengan 60 mL larutan HCl (1:2) dan ditambah 5 mL H₂O₂ pekat. Contoh uji kemudian dipanaskan selama 1 jam pada suhu 105°C. Contoh uji yang telah dipanaskan kemudian didinginkan hingga suhu kamar dan ditambahkan kembali dengan 5 mL H₂O₂ pekat. Contoh uji dilanjutkan pemanasan selama 30 menit. Contoh uji kemudian didinginkan dan disaring dengan kertas saring (filter ditampung). Contoh uji dipanaskan kembali dengan ditambahkan larutan HCl (1:2) sebanyak 50 mL. Contoh uji dipanaskan kembali selama 30 menit. Contoh uji kemudian didinginkan dan disaring dengan kertas saring (filter ditampung). Filtrat penyaringan pertama dan kedua kemudian disatukan. Filtrat contoh uji dipanaskan hingga mendekati kering kemudian ditambah dengan 10 mL HNO₃ (2:98) dan dilanjutkan pemanasan selama beberapa menit. Filtrat contoh uji didinginkan dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL. Contoh uji ditepatkan dengan HNO₃ (2:98) dan dihomogenkan. Contoh uji diukur serapan dengan ICP-OES pada panjang gelombang 283,305 nm. Penentuan kadar contoh uji dapat menggunakan persamaan 1.

$$CPb = \frac{(Ct-Cb) \times Vt \times S/St}{V} \quad (1)$$

dimana:

Ct = kadar Pb dalam larutan contoh uji (µg/mL)

Cb = kadar Pb dalam blanko (µg/mL)

Vt = volume larutan contoh uji (mL)

S = luas yang terpapar debu (mm²)

St = luas yang digunakan (mm²)

V = volume udara pada kondisi normal (Nm³)

2.5.4 Penentuan *Repeatability*

Penentuan *repeatability* dilakukan dengan menambah kertas filter dengan menggunakan 2 standar yang berbeda, yaitu standar terendah dan standar tertinggi dari konsentrasi deret larutan kerja. Standar tertinggi yaitu 6 µg/mL dipipet dari larutan standar 100 µg/mL sebanyak 3 mL, sedangkan standar terendah yaitu 0,4 µg/mL dipipet dari larutan standar 10 µg/mL sebanyak 2 mL. Perlakuan pada penentuan *repeatability* sama dengan prosedur persiapan contoh uji. Langkah tersebut diulangi sebanyak 10 kali dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 285,353 nm. Penentuan *repeatability* dapat menggunakan persamaan 2 dan 3.

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\% \quad (2)$$

dimana:

SD = standar deviasi pengukuran *repeatability*

\bar{x} = rata-rata hasil pengukuran *repeatability*

$$\% CV \text{ Horwitz} = 2^{1-0,5 \log C} \quad (3)$$

dimana:

C = konsentrasi yang didapat dari hasil pengukuran (µg/mL)

2.5.5 Penentuan Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan dengan menggunakan 2 standar yaitu standar terendah dan standar tertinggi dari konsentrasi deret larutan kerja. Standar tertinggi yaitu 6 µg/mL dipipet dari larutan standar 100 µg/mL sebanyak 3 mL dan ditera dalam labu ukur 50 mL menggunakan larutan HNO₃ 5%. Sedangkan standar terendah yaitu 0,4 µg/mL dipipet dari larutan standar 10 µg/mL sebanyak 2 mL dan ditera dalam labu ukur 50 mL menggunakan larutan HNO₃ 5%. Langkah tersebut diulangi sebanyak 10 kali dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 285,353 nm. Penentuan akurasi dapat menggunakan persamaan 4.

$$\% \text{Trueness} = \frac{\text{Konsentrasi terukur}}{\text{Konsentrasi sebenarnya}} \times 100\% \quad (4)$$

2.5.6 Penentuan MDL (*Method Detection Limited*)

Kertas filter yang telah dibagi menjadi 4 bagian diambil satu bagian dan dipotong kecil-kecil dalam gelas piala 250 mL. Kertas filter kemudian ditambah dengan 5 mL larutan standar timbal (Pb) 10 µg/mL. Perlakuan pada penentuan MDL sama dengan prosedur persiapan contoh uji. Langkah tersebut diulangi sebanyak 10 kali dan diukur serapan menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 285,353 nm. Penentuan MDL dapat menggunakan persamaan 5 dan 6.

$$MDL = T_{\text{students}} \times SD \quad (5)$$

dimana:

T_{students} = 10 kali pengulangan (2,896)

SD = standar deviasi pengukuran MDL

$$LoQ = 10 \times SD \quad (6)$$

2.5.7 Penentuan IDL (*Instrument Detection Limited*)

Pelarut yang digunakan yaitu HNO₃ 5% diukur serapannya sebanyak 10 kali menggunakan ICP-OES pada panjang gelombang 285,353 nm. Penentuan IDL dapat menggunakan persamaan 7.

$$IDL = 3 \times SD \quad (7)$$

dimana:

SD = standar deviasi pengukuran IDL

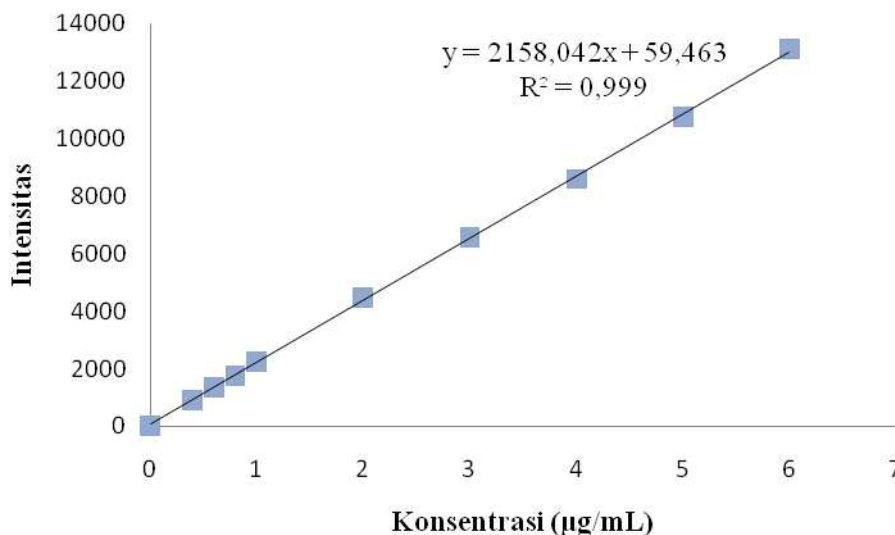
3. HASIL PENELITIAN

Penentuan kadar logam timbal (Pb) pada udara ambien menggunakan metode *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES). Prinsip *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES) yaitu sampel logam diubah menjadi bentuk aerosol oleh gas argon pada *nebulezer*, pada temperatur plasma. Sampel akan terksitasi dan kembali ke *ground state* sambil memancarkan sinyal radiasi yang terdispersi dan diubah menjadi sinyal listrik. Sinyal

listrik tersebut besarnya sebanding dengan sinar yang dipancarkan oleh besarnya konsentrasi unsur[8].

Logam timbal (Pb) yang terdapat pada udara ambien yaitu berupa $PbCl_2$, $PbBr_2$, dan $PbBrCl$. Spesi timbal (Pb) dalam uji ini yaitu timbal (Pb) yang berasal dari partikel debu-debu metalik dari kendaraan bermotor yang ditangkap menggunakan alat HVAS (*high volume air sampler*). Penentuan kadar logam Pb dilakukan selama 24 jam dimulai dari jam 10.00 WIB dengan laju alir 40-60 CFM. Penentuan kadar Pb dilakukan dengan proses destruksi sampel menggunakan larutan HCl (1:2) dan H_2O_2 pekat yang bertujuan untuk menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak diperlukan dalam contoh uji, serta pemanasan digunakan agar mendapatkan hasil analisis yang maksimal. Hasil destruksi diencerkan dengan larutan HNO_3 (2:98). Pemisahan antara filtrat dengan residu menggunakan kertas saring whatman No. 41 agar larutan ekstrak dapat dianalisis dengan *Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy* (ICP-OES).

Pembuatan kurva standar Pb dilakukan dengan membuat variasi konsentrasi standar yaitu 0; 0,4; 0,6; 0,8; 1; 2; 3; 4; 5; dan 6 $\mu\text{g/mL}$ dari larutan baku timbal 100 $\mu\text{g/mL}$ pada panjang gelombang 285,353 nm. Rentang larutan standar Pb dilakukan tidak sesuai dengan SNI 7119-4:2017 karena sampel mempunyai intensitas yang sangat kecil sehingga konsentrasi sampel dapat diketahui. Hasil pengukuran dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva Larutan Standar Pb

Persamaan garis yang diperoleh dari kurva larutan standar Pb yaitu $y=2158,042x+59,463$ dengan nilai korelasi (r) sebesar 0,999. Nilai korelasi yang dihasilkan memasuki rentang yang telah ditetapkan yaitu $\geq 0,995$ [8] yang menunjukkan bahwa kurva kalibrasi yang diperoleh memiliki hubungan variabel yang sangat kuat antara konsentrasi analit dalam larutan standar dengan intensitas. Untuk mengetahui kadar Pb dalam contoh uji dapat menggunakan persamaan 1. Hasil uji kadar Pb pada udara ambien yaitu 0,1840 $\mu\text{g/mL}$. Hasil tersebut dibawah ambang batas dan aman sesuai dengan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 41 Tahun 1999 dimana maksimum kadar Pb dalam udara ambien yaitu 2 $\mu\text{g/mL}$ [5].

Metode analisis kadar Pb pada udara ambien harus dilakukan uji kelayakan agar data yang diperoleh valid yaitu dengan verifikasi metode. Verifikasi metode juga digunakan untuk membuktikan bahwa laboratorium memiliki data kinerja karena setiap laboratorium memiliki kompetensi personel dan peralatan yang berbeda. Verifikasi metode biasanya mengacu pada SNI ataupun metode baku lain seperti APHA. Verifikasi dinyatakan baik apabila semua parameter memenuhi syarat keberterimaan. Parameter yang mendukung data verifikasi, yaitu linieritas, presisi, akurasi, dan limit deteksi.

Presisi merupakan kedekatan antara hasil uji dengan lainnya pada serangkaian pengukuran. Nilai $\%RSD < 2\%$ menunjukkan bahwa hasil pengulangan yang dilakukan memberikan presisi yang baik [9]. Uji presisi juga dapat ditentukan dengan $\%2/3$ CV Horwitz apabila hasil perhitungan

$\%RSD > 2\%$ [10]. Uji presisi udara ambien dilakukan dengan menggunakan standar *low range* dan *high range* pada konsentrasi deret standar. Uji presisi dilakukan dengan keterulangan (*repeatability*) sebanyak 10 kali. Uji presisi dilakukan pada sampel *low range* dan *high range* bertujuan untuk mengetahui kemampuan kinerja instrumen ICP-OES membaca hasil uji pada rentang standar terendah dan tertinggi serta melihat ketelitian metode dalam mengukur logam timbal (Pb) yang sering terdapat dalam konsentrasi kecil. Hasil uji presisi Pb dapat dilihat pada Tabel I menggunakan rumus pada persamaan 2 dan 3.

TABEL I. Hasil Uji Presisi

Keterangan	%RSD	%2/3 CV Horwitz	Kesimpulan
<i>Low range</i>	2,71	11,82	Diterima
<i>High range</i>	7,20	8,22	Diterima

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sebenarnya. *Trueness* biasanya dinyatakan dalam akurasi, yaitu kedekatan antara hasil analisis dengan nilai benar. Akurasi dapat menggunakan standar yang telah diketahui nilai sebenarnya pada rentang linieritas (kadar rendah dan tinggi). Jika laboratorium tidak memiliki CRM, maka penentuan nilai *trueness* dapat menggunakan larutan standar. Uji akurasi dilakukan dengan menggunakan standar *low range* dan *high range*. Hasil uji dikatakan baik dan akurat apabila hasil $\%trueness$ berada pada rentang $100\pm 10\%$ [8]. Hasil uji akurasi Pb dapat dilihat pada Tabel II menggunakan rumus pada persamaan 4.

TABEL II. Hasil Uji Akurasi

Keterangan	% <i>Trueness</i>	Kesimpulan
<i>Low range</i>	100,74	Diterima
<i>High range</i>	104,95	Diterima

Limit deteksi merupakan jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat terdeteksi. Limit deteksi dalam pengukuran dijadikan sebagai acuan hasil pengukuran. Nilai konsentrasi yang diperoleh harus lebih besar dari limit deteksi. Limit deteksi dibagi menjadi dua, yaitu IDL (*instrument detection limited*) dan MDL (*methode detection limited*). Pengukuran IDL dilakukan sebanyak 10 kali pengulangan menggunakan pelarut sebagai blangko. *Method detection limit* (MDL) dihitung dengan menambahkan analit dalam matriks tertentu. Penentuan batas deteksi bertujuan untuk menghindari penulisan laporan hasil pengujian tidak terdeteksi. Hasil MDL harus lebih besar dari nilai IDL. Nilai spike yang dibutuhkan dalam penentuan MDL memiliki perbandingan hubungan antara IDL : LOD : MDL : LOQ = 1 : 2 : 4 : 10[11]. Hasil uji limit deteksi Pb dapat dilihat pada Tabel III menggunakan rumus pada persamaan 5, 6 dan 7.

TABEL III. Hasil Uji Limit Deteksi

Keterangan	Hasil Uji ($\mu\text{g}/\text{Nm}^3$)	Kesimpulan
IDL	0,0001	Diterima
MDL	0,0012	Diterima
LoQ	0,0042	Diterima

Hasil MDL diterima apabila MDL yang diperoleh lebih kecil dari baku mutu. LoQ yang diperoleh merupakan batas keberterimaan data yang masih dapat diterima, karena LoQ merupakan limit pelaporan konsentrasi terendah dari analit dalam contoh yang dapat ditentukan dengan tingkat presisi dan akurasi [10].

4. KESIMPULAN

Kesimpulan dari penentuan kadar logam timbal (Pb) pada sampel udara ambien diperoleh hasil kadar Pb sebesar $0,1840 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$. Hasil ini telah memenuhi syarat baku mutu sesuai Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 41 Tahun 1999 dan diperoleh hasil uji verifikasi metode analisis timbal (Pb) menunjukkan hasil yang baik dengan hasil linieritas 0,9997; presisi *low range* dan *high range* yaitu 2,71% dan 7,20%; akurasi *low range* dan *high range* yaitu 100,74% dan 104,95%; serta limit deteksi IDL, MDL, dan LoQ yaitu $0,0001 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$; $0,0012 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$; dan $0,0042 \mu\text{g}/\text{Nm}^3$.

Acknowledgment

Penulis mengucapkan banyak terimakasih kepada PT Karsa Buana Lestari yang telah memberikan fasilitas untuk melakukan penelitian.

Daftar Pustaka

- [1] I. A. Resitoglu, K. Altinisik, dan A. Keskin, "The pollutant emissions from diesel-engine vehicles and exhaust aftertreatment systems," *Clean Techn Environ Policy*, Vol 17 No. 15-27, 2015.
- [2] A. W. Hasbiah, L. Mulyatna, dan F. Musaddad, "Studi Identifikasi Pencemaran Udara oleh Timbal (Pb) pada Area Parkir (Studi Kasus Kampus Universitas Pasundan Bandung)," *Infomatek*, Vol 18 No. 1, 49-56, 2016.
- [3] G. Pandey, dan S. Madhuri, "Heavy Metals Causing Toxicity in Animals and Fishes," *Res. J. Animal, Veterinary and Fishery Sci.*, Vol. 2(2), 17-23, 2014.
- [4] P. Raharjo, M. Raharjo, dan O. Setiani, "Analisis Risiko Kesehatan dan Kadar Timbal dalam Darah: (Studi pada Masyarakat yang Mengonsumsi Tiram Bakau (*Crassostrea gigas*) di Sungai Tapak Kecamatan Tugu Kota Semarang," *Jurnal Kesehatan Lingkungan Indonesia*, Vol. 17 No. 1, 9-15, 2017.
- [5] PP, "Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 41 Tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara," Peraturan Pemerintah, Jakarta, 1999.
- [6] P. Pirdaus, M. Rahman, Rinawati, N. L. G. R. Juliasih, D. Pratama, dan A. A. Kiswandono, "Verifikasi Metode Analisis Logam Pb, Cd, Cu, Ni, Co, Fe, Mn dan Ba pada Air Menggunakan Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometer (ICP-OES)," *Jurnal Analytical and Environmental Chemistry*, Vol. 3 No. 1, Hal 2540-8267, 2018.
- [7] L. F. Indriana, S. Anggoro, dan I. Widowati, "Studi Kandungan 13 Logam Berat Menggunakan Metode ICP MS pada Ikan yang Terdapat di Pasar Ikan Larantuka Flores Timur," *Seminar Nasional Penelitian Perikanan dan Kelautan*, Universitas Diponegoro, Semarang, 2012.
- [8] BSN, "SNI 7119-4:2017, Udara Ambien-Bagian 4: Cara Uji Kadar Timbal (Pb) dengan Metoda Destruksi Basah Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom, Indonesia," Badan Standardisasi Nasional, Jakarta, 2017.
- [9] Harmita, "Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya," *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. I. No. 3, Hal 117-135, 2004.
- [10] I. D. R. C. Puspita, "Verifikasi Metode Penentuan Besi (Fe) Terlarut pada Sampel Air Filter Layer Menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom Di Balai Konservasi Borobudur," *Tugas Akhir*, Universitas Islam Indonesia, Yogyakarta, 2018.
- [11] A. Hadi, "Penentuan Batas Deteksi Metode (Method Detection Level) dan Batas Kuantifikasi (Limit of Quantitation) Pengujian Sulfida dalam Air dan Air Limbah dengan Biru Metilen Secara Spektrofotometri," *Ecolab*, Vol. 4 No. 2, Hal 55-96, 2010.



Jurnal IJCA is licensed under a Creative Commons Attribution ShareAlike 4.0