



## PERBANDINGAN METODE DESTRUKSI PADA ANALISIS Pb DALAM RAMBUT DENGAN AAS

**Ervina Nur Hidayati\*), Mohammad Alauhdin dan Agung Tri Prasetya**

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang

Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

### Info Artikel

Sejarah Artikel:  
Diterima Maret 2014  
Disetujui Maret 2014  
Dipublikasikan Mei 2014

Kata kunci:  
analisis Pb  
rambut  
metode destruksi  
validasi metode  
AAS

### Abstrak

Telah dilakukan uji banding terhadap dua metode destruksi basah untuk penentuan kadar timbal dalam rambut. Destruksi basah yang pertama menggunakan campuran  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan yang kedua menggunakan campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ . Analisis kandungan timbal hasil destruksi dilakukan dengan *Atomic Absorption Spectrophotometer* (AAS). Untuk menentukan metode destruksi yang lebih valid dilakukan validasi metode yang meliputi uji akurasi, presisi, dan linearitas serta penentuan LoD dan LoQ. Uji presisi dilakukan dengan menghitung persen *recovery*, yaitu 115% untuk metode destruksi pertama dan 101% untuk metode yang kedua. Hasil uji presisi untuk metode pertama dan kedua berturut-turut 15 dan 11%. Sementara itu, linearitas kurva standar diperoleh sebesar 0,9983 dengan LoD dan LoQ berturut-turut 0,463 dan 1,546 ppm. Perhitungan konsentrasi Pb dalam sampel rambut hasil dari kedua metode destruksi pertama dan kedua berturut-turut 0,915 dan 2,44 ppm. Hasil ini lebih tinggi dari LoD namun lebih rendah dari LoQ untuk hasil destruksi metode pertama. Berdasarkan hasil analisis dapat disimpulkan bahwa metode destruksi kedua lebih baik daripada metode kedua.

### Abstract

Comparative tests were conducted on two wet destruction methods for the determination of lead content in hair. The first method used a mixture of  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  and the second one used a mixture of  $\text{HNO}_3$  and  $\text{HClO}_4$ . Analysis of lead content results of destruction carried out by Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). To determine the validity of the methods, validated test is done which include accuracy, precision, and linearity as well as the determination of LoD and LoQ. Precision test is done by calculating the percent recovery, which is 115% for the first method and 101% for second ones. Precision test results for the first and second method 15 and 11% respectively. Meanwhile, the linearity of standard curves obtained for 0,9983 with LoD and LoQ 0.463 and 1.546 ppm respectively. Calculation of the concentration of Pb in hair samples from both methods of destruction of the first and second were 0.915 and 2.44 ppm respectively. This result was higher than the LoD but lower than the LoQ for destruction result of the first method. Based on the analysis it can be concluded that the destruction of the second method is better than the second method.

## Pendahuluan

Pertambahan jumlah kendaraan bermotor yang sangat pesat memberikan dampak negatif sebagai konsekuensi emisi yang dihasilkan. Kendaraan bermotor merupakan penyumbang utama dari seluruh emisi pencemar udara. Penggunaan bahan bakar pada kendaraan bermotor dengan bilangan oktan yang tinggi dapat mengurangi ketukan pada mesin saat proses pembakaran bensin. Memang bila angka oktan tidak memadai, maka ketukan yang terjadi dapat merusak mesin atau mengurangi kinerja dan efisiensi mesin. Salah satu cara untuk menaikkan bilangan oktana dari suatu bahan bakar adalah dengan menambahkan  $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_5)_4$ , Tetra Ethyl Lead (TEL), ke dalam bahan bakar tersebut. Namun usaha menaikkan bilangan oktana dengan menambahkan TEL akan mengakibatkan gas buang mengandung timah hitam yang beracun dan merusak lingkungan.

Timbal dapat masuk ke dalam tubuh melalui berbagai cara dan akan terakumulasi dalam organ-organ tubuh. Walaupun tubuh dapat mengekskresi timbal, namun hal itu tidak sebanding dengan absorpsinya sehingga dapat menimbulkan efek negatif baik akut maupun kronis. Timbal yang diabsorpsi diangkut oleh darah ke organ-organ tubuh sebanyak 95%. Pb dalam darah diikat oleh eritrosit, yang dibagi menjadi dua yaitu ke jaringan lunak (sumsum tulang, sistem saraf, ginjal, hati) dan ke jaringan keras (tulang, kuku, rambut, gigi) (Palar; 1994). Gigi dan tulang panjang mengandung Pb yang lebih banyak dibandingkan tulang lainnya. Pada gusi dapat terlihat *lead line* yaitu pigmen berwarna abu-abu pada perbatasan antara gigi dan gusi (Goldstein & Kipen; 1994). Hal itu merupakan ciri khas keracunan Pb. Pada jaringan lunak sebagian Pb disimpan dalam aorta, hati, ginjal, otak dan kulit. Timbal yang ada di jaringan lunak bersifat toksik.

Kadar Pb dalam rambut merupakan salah satu indikator terakumulasinya logam Pb dalam tubuh. Karena dalam rambut terdapat gugusan-gugusan sulfhidril (-SH) dan disulfida sistin (-S-S-) yang mampu mengikat logam berat yang masuk ke dalam tubuh. Mengingat senyawa sulfida mudah terikat oleh logam berat, maka bila logam berat masuk ke dalam tubuh, logam-logam tersebut akan terikat oleh senyawa sulfida dalam rambut. Jumlah logam pada rambut berkorelasi dengan jumlah logam yang diabsorpsi oleh tubuh. Oleh karena itu rambut dapat dipakai sebagai bahan biopsi (Toribara

dan Jackson; 1982). Hasil penelitian Saeni (1995) menunjukkan bahwa kandungan timbal dalam rambut manusia ternyata lebih tinggi dibandingkan dengan timbal dalam air minum dan sayuran yang dikonsumsi.

Terdapat dua cara preparasi sampel yang dapat dilakukan dalam analisis Pb pada rambut. Preparasi sampel yang dapat dilakukan yaitu dengan metode destruksi kering (*dry ashing*) atau destruksi basah (*wet digestion*). Ada tiga macam cara kerja destruksi basah dapat dilakukan, yaitu: destruksi basah menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , destruksi basah menggunakan  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{HClO}_4$ , serta destruksi basah menggunakan  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Sementara itu, untuk membuktikan kehandalan suatu metode dari suatu prosedur diperlukan validasi. Validasi metode analisis logam Pb dapat dilakukan dengan beberapa parameter, yaitu: akurasi (ketepatan), uji sensitivitas (presisi), uji linieritas, limit deteksi (LoD), serta uji lapang (Wegscheider; 1996). Artikel ini membahas uji banding terhadap dua metode destruksi basah untuk penentuan kadar timbal dalam rambut. Destruksi basah yang pertama menggunakan campuran  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HClO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan yang kedua menggunakan campuran  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$ .

## Metode Penelitian

Alat dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi: peralatan gelas, oven, neraca digital AND HR-200 dengan ketelitian 0,1 mg – 210 g, *hot plate* 40°C, *Atomic Absorption Spectrophotometer* Perkin Elmer Analyst 100,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , aseton,  $\text{HNO}_3$  pekat,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat,  $\text{HClO}_4$  pekat dengan *grade pro analyst* buatan E Merck, air deionisasi (Bratoco), aseton teknis dan sampel rambut petugas SPBU.

Pada metode destruksi pertama mula-mula dilakukan pencucian dengan cara 0,1 g sampel rambut dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, direndam dengan 10 mL aseton teknis selama 15 menit sambil diaduk dengan pengaduk kaca dan dibilas menggunakan akuades. Sampel selanjutnya direndam dalam 10 mL aseton *pro analyst*, selama 15 menit sambil diaduk, kemudian ditiriskan. Kemudian sampel rambut diabukan secara basah (*wet ashing*) menurut metoda Reitz, *et al.* (1960). Sampel yang telah dicuci dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL kemudian ditambah 5 mL  $\text{HNO}_3$  8 M dan dibiarkan selama  $\pm 1$  jam. Sampel dipanaskan  $\pm 2$  jam menggunakan *hot plate* pada skala suhu 40°C, didinginkan dan ditambah 0,4 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat, dipanaskan

kembali  $\pm 1$  jam. Larutan campuran  $\text{HNO}_3$  8 M dan  $\text{HClO}_4$  (1:2) ditambah sebanyak 2 tetes ke dalam sampel pada saat terjadi perubahan warna dari coklat menjadi kuning bening, kemudian larutan dipanaskan kembali selama 15 menit. Larutan kemudian dijadikan 50 mL dengan menggunakan air deionisasi.

Metode destruksi kedua dilakukan dengan memotong segmen rambut sekitar 5 sampai 10 mm panjang dan berat 2 mg. Menimbang sampel rambut dan dicuci dengan air deionisasi pada *shaker* mekanis kemudian direbus selama 15 menit dan didestruksi dengan campuran 1:5  $\text{HClO}_4$ :  $\text{HNO}_3$  hingga membentuk cairan hampir jernih. Mengencerkan sampel dalam labu ukur 50 mL dengan air deionisasi hingga tanda batas.

Untuk menentukan metode destruksi yang paling valid digunakan untuk analisis Pb dalam rambut maka dilakukan validasi metode meliputi: uji akurasi (ketepatan), uji linieritas, uji presisi (sensitivitas), uji limit deteksi (LoD) dan limit kuantitasi (LoQ). Uji akurasi dilakukan dengan menambahkan larutan baku pembandingan ke dalam sampel yang akan diperiksa sebelum didestruksi, kemudian dilakukan uji blanko (tanpa penambahan larutan baku standar). Masing-masing sampel kemudian didestruksi dengan kedua metode destruksi dan diukur menggunakan AAS pada panjang gelombang 283,3 nm.

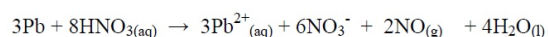
Uji linieritas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar dengan beberapa macam konsentrasi standar Pb yang dimulai dari larutan tanpa Pb. Uji presisi (sensitivitas) dilakukan secara repetabilitas, yaitu dengan mengukur larutan sampel kedua metode destruksi dengan 2 kali ulangan pada hari yang sama, kemudian data hasil absorpsi dihitung simpangan bakunya. Uji limit deteksi (LoD) dan limit kuantitasi (LoQ) dilakukan dengan mengukur konsentrasi standar yang paling rendah yang dapat terdeteksi absorbansinya. LoD didapatkan dari tiga kali standar deviasi dibagi *slope*, sedangkan LoQ didapatkan dari sepuluh kali standar deviasi dibagi *slope*.

### Hasil dan Pembahasan

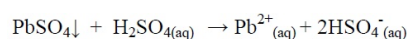
Kadar Pb dalam rambut merupakan salah satu indikator terakumulasinya logam Pb dalam tubuh. Salah satu syarat analisis logam dengan menggunakan AAS adalah sampel harus berupa larutan, maka sebelum kadar Pb dalam rambut dianalisis dilakukan destruksi terlebih dahulu. Fungsi dari destruksi adalah untuk memutus

ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Dalam penelitian ini digunakan destruksi basah karena pada umumnya destruksi basah dapat dipakai untuk menentukan unsur-unsur dengan konsentrasi rendah. Setelah proses destruksi diharapkan yang tertinggal hanya logam-logam saja dalam bentuk ion. Untuk itu dilakukan analisis Pb dalam rambut dengan membandingkan dua macam metode destruksi dengan campuran asam yang berbeda untuk memperoleh metode destruksi basah yang paling baik. Sampel rambut yang dipakai dalam penelitian ini diperoleh dari seorang petugas SPBU Wedarijaksa, Pati.

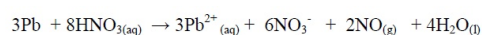
Penambahan masing-masing asam mempunyai tujuan tersendiri. Pada metode pertama digunakan  $\text{HNO}_3$  sebagai agen pengoksidasi utama karena  $\text{HNO}_3$  merupakan pelarut logam yang baik, Pb teroksidasi oleh  $\text{HNO}_3$  sehingga menjadi larut. Sedangkan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  adalah sebagai katalis untuk mempercepat reaksi terputusnya timbal (Pb) dari senyawa organik yang ada dalam sampel rambut.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  merupakan katalis yang mempengaruhi lingkungan sehingga katalis ini tidak ikut bereaksi. Sementara itu,  $\text{HClO}_4$  bertindak sebagai oksidator untuk membantu  $\text{HNO}_3$  mendekomposisi matriks organik.



Penambahan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  akan menghasilkan endapan putih  $\text{PbSO}_4$ . Namun setelah dipanaskan  $\text{PbSO}_4$  akan membentuk ion  $\text{Pb}^{2+}$ .



Pada metode kedua asam nitrat dikombinasikan dengan  $\text{HClO}_4$  sebagai campuran asam untuk mendestruksi, dimana  $\text{HClO}_4$  bertindak sebagai oksidan yang kuat (oksidator) untuk membantu  $\text{HNO}_3$  mendekomposisi matriks organik rambut. Sehingga rambut dapat larut secara sempurna.



Setelah didestruksi kemudian dilakukan analisis kadar Pb menggunakan AAS. Untuk mengetahui metode yang lebih baik untuk analisis Pb dalam rambut dilakukan validasi metode, yaitu uji akurasi, sensitivitas, linieritas, penentuan LoD dan LoQ.

Penetapan akurasi dilakukan untuk mengetahui keakuratan suatu metode pengukuran yang digunakan dalam analisis tertentu. Oleh karena itu, dilakukan evaluasi akurasi

metode melalui uji perolehan kembali (*recovery*) untuk mengetahui adanya kadar logam yang hilang saat proses destruksi. Akurasi dapat dilihat dari nilai *recovery spike* yaitu dengan cara menambahkan sejumlah analit (standar) yang diketahui konsentrasinya ke dalam contoh. Nilai kisaran persentase *recovery* yang baik untuk sampel yang tergolong *trace analysis* disyaratkan berada pada rentang  $100\% \pm 20$ . Rentang tersebut dianggap akurat karena menunjukkan metode tersebut mempunyai ketepatan yang baik dengan tingkat kesesuaian nilai suatu pengukuran yang sebanding dengan nilai sebenarnya.

**Tabel 1.** Hasil uji *recovery*

Sampel	Berat sampel	Vol. sampel	Spike (Pb)	Jumlah Pb teoritis	Jumlah Pb analisis	Recovery
Destruksi I	0,1004	50 mL	-	-	45,94 µg	
Destruksi I + 2 mL Pb 0,3 ppm	0,1001	50 mL	0,6 µg	46,54 µg	54,06 µg	117%
Destruksi I + 2 mL Pb 0,5 ppm	0,1003	50 mL	1,0 µg	46,85 µg	54,17 µg	116%
Destruksi I + 2 mL Pb 1,0 ppm	0,1004	50 mL	2,0 µg	47,85 µg	54,23 µg	113%
Rata-rata destruksi I						115%
Destruksi II	0,0205	50 mL	-	-	125,0 µg	
Destruksi II + 2 mL Pb 0,3 ppm	0,0205	50 mL	0,6 µg	125,6 µg	125,0 µg	99%
Destruksi II + 2 mL Pb 0,5 ppm	0,0203	50 mL	1,0 µg	126,0 µg	129,0 µg	101%
Destruksi II + 2 mL Pb 1,0 ppm	0,0203	50 mL	2,0 µg	131,0 µg	131,0 µg	103%
Rata-rata destruksi II						101%

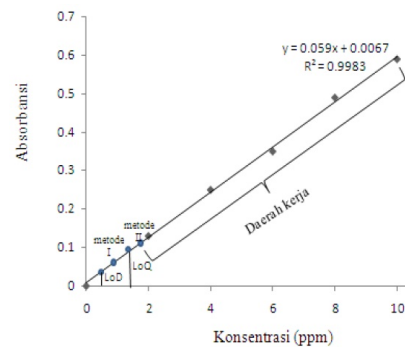
Pada Tabel 1 diperoleh nilai persentase *recovery* untuk metode destruksi pertama dan metode destruksi kedua. Metode destruksi pertama mempunyai rata-rata *recovery* 115% sedangkan metode destruksi kedua 101%. Kedua metode masuk dalam *range recovery* yang disyaratkan. Namun metode destruksi kedua lebih baik karena rata-rata *recovery* yang diperoleh 101% lebih mendekati 100%.

Adanya % *recovery* yang lebih dari 100% atau hasil pengukuran lebih besar dari konsentrasi sebenarnya dapat disebabkan oleh beberapa faktor. Faktor pertama adalah ketidakpastian. Penyebab ketidakpastian dalam penelitian ini yaitu adanya ketidakpastian dalam kalibrasi baik dalam penggunaan alat maupun dalam pembacaan skala. Selain itu faktor temperatur juga ikut berperan dalam kesalahan kalibrasi sehingga menyebabkan adanya ketidakpastian baku.

Parameter limit deteksi (LoD) instrumen menunjukkan konsentrasi terkecil yang dapat terbaca oleh instrumen. Pada konsentrasi terkecil alat sangat terbatas dalam membedakan antara sinyal analit dengan *noise*. Tabel 2 menunjukkan hasil perhitungan nilai limit deteksi yang merupakan penjumlahan antara nilai rata-rata konsentrasi terkecil ditambah dengan hasil perkalian tiga kali standar deviasi, yaitu sebesar 0,463 mg/L.

**Tabel 2.** Hasil uji LoD dan LoQ

	Kons.	Abs	Y	(Abs-y)	(Abs-y) <sup>2</sup>
Blangko	0	0	0,006	-0,006	0,000036
Standar 1	2	0,13	0,124	0,006	0,000036
Standar 2	4	0,25	0,242	0,008	0,000064
Standar 3	6	0,35	0,360	-0,01	0,0001
Standar 4	8	0,49	0,478	0,012	0,000144
Standar 5	10	0,59	0,596	-0,006	0,000036
Jumlah					0,000416
St. dev					0,009121
LoD					0,463
LoQ					1,546



**Gambar 1.** Kurva kalibrasi larutan standar timbal (Pb)

Berdasarkan nilai tersebut dapat diketahui bahwa penggunaan instrumen pada penetapan Pb dalam sampel rambut dengan konsentrasi lebih besar dari 0,463 mg/L dapat dipercaya sebagai sinyal alat terhadap analit. Namun, apabila konsentrasi analit kurang dari 0,463 mg/L, sinyal yang dihasilkan tidak dipercaya sebagai analit, melainkan *noise*. Nilai 0,463 mg/L merupakan konsentrasi terendah yang masih dapat dipercaya pada pengukuran dengan menggunakan instrumen yang dimaksud. Konsentrasi Pb hasil dari kedua metode destruksi melebihi batas deteksi tersebut, sehingga hasil pengukuran dikatakan dapat dipercaya.

Sementara itu, limit kuantitasi (LoQ) didefinisikan sebagai konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan. LoQ merupakan suatu kompromi antara konsentrasi dengan presisi dan akurasi yang dipersyaratkan. Hasil perhitungan menunjukkan LoQ sebesar 1,546 mg/L. Konsentrasi Pb hasil dari metode destruksi pertama berada di bawah limit kuantitasi maka akan memberikan hasil dengan akurasi rendah. Sedangkan metode destruksi kedua konsentrasinya melebihi limit kuantitasi sehingga memberikan hasil dengan akurasi yang tinggi. Hasil tersebut dapat dilihat pada gambar kurva kalibrasi larutan standar timbal (Pb) yang menunjukkan titik konsentrasi dari kedua metode. Meskipun pada rentang 2

ppm sampai 10 ppm dalam kurva kalibrasi menunjukkan hasil yang linear, namun pengukuran harus mencapai limit kuantitasi agar pengukuran lebih akurat.

Uji linieritas suatu metode bertujuan membuktikan adanya hubungan yang linier antara konsentrasi analit yang sebenarnya dengan respon alat. Parameter yang menunjukkan adanya hubungan yang linier antara absorbansi dengan konsentrasi analit adalah koefisien korelasi ( $r^2$ ). Untuk itu, dilakukan uji linieritas melalui pembuatan kurva kalibrasi standar dan pengukuran absorbansi deret larutan standar dengan AAS.

Kurva kalibrasi menyatakan hubungan antara berkas radiasi yang diabsorpsi ( $A$ ) dengan konsentrasi ( $C$ ) dari serangkaian zat standar yang telah diketahui konsentrasinya. Berdasarkan hukum Lambert-Beer absorbansi akan berbanding lurus dengan konsentrasi. Artinya, konsentrasi makin tinggi maka absorbansi yang dihasilkan makin tinggi, begitupun sebaliknya konsentrasi makin rendah absorbansi yang dihasilkan makin rendah.

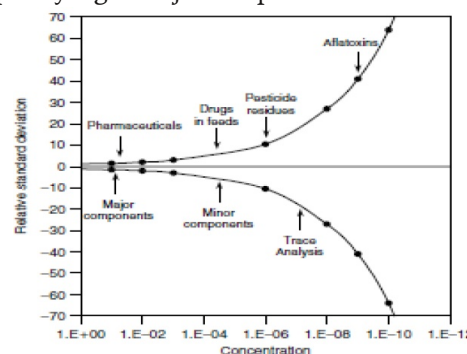
Berdasarkan pengukuran sederet larutan standar, diperoleh persamaan linear  $y = 0,059x + 0,0067$  dan nilai koefisien korelasi ( $r^2$ ) sebesar 0,9983. Pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa kurva kalibrasi standar tersebut mempunyai garis singgung yang linear. Bentuk kurva yang didapatkan mengikuti hukum Lambert-Beer yaitu dengan meningkatnya konsentrasi maka absorbansi yang dihasilkan makin tinggi. Respon yang diberikan oleh alat terhadap konsentrasi analit telah memenuhi syarat, nilai  $r^2 = 0,9983$  yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan, dengan ketentuan  $r^2 > 0,99$ . Dengan demikian, dapat dikatakan alat dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel.

Uji presisi dilakukan dengan metode repeabilitas, yaitu pengulangan dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat. Kondisi sama ini dapat diartikan dengan penggunaan laboratorium yang sama, metode analisis yang sama, dan pereaksi serta peralatan yang sama. Presisi digambarkan dalam bentuk persentase *Relative Standard Deviation* (%RSD).

**Tabel 3.** Hasil uji presisi

Metode	Konsentrasi $\mu\text{g}/\text{kg}$		%RSD
	I	II	
Destruksi I	4521,0165	3673,1610	15%
Destruksi II	2440,9440	2100,2796	11%

Pada Tabel 3 dapat dilihat nilai persentase RSD metode destruksi pertama sebesar 15%, sedangkan metode kedua 11%. Nilai yang diperoleh masih berada pada rentang yang disyaratkan. Penelitian termasuk ke dalam kategori *trace analysis* yang mempunyai rentang  $0 \pm 20$ . Sehingga nilai tersebut masih dianggap baik. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Rentang yang disyaratkan pada pengukuran analitis (Sumber: Somenath and Roman; 2003)

Gambar 2 tersebut menjelaskan bahwa konsentrasi analisis runtu (*trace analysis*) berada pada urutan ketiga dengan rentang  $\pm 20$ , yang berarti pada nilai  $0 \pm 20$  masih dianggap baik. Namun jika kurang atau lebih dari rentang tersebut analisis dianggap mempunyai keterulangan yang kurang baik.

Berdasarkan hasil uji presisi dari kedua metode dapat disimpulkan bahwa metode kedua mempunyai keterulangan yang lebih baik dibandingkan metode pertama. Meskipun kedua metode masih berada dalam rentang yang dianggap baik, namun metode kedua mempunyai %RSD yang lebih kecil.

Seluruh validasi metode yang telah dilakukan dalam penelitian ini menunjukkan hasil uji dari kedua metode destruksi basah. Pada metode pertama diperoleh nilai uji *recovery* rata-rata 115%. Nilai ini masih dalam rentang persen *recovery* yang disyaratkan, namun nilainya mendekati batas  $100\% \pm 20$ . Sehingga dapat dikatakan metode destruksi pertama kurang akurat. Uji presisi yang dinyatakan dengan %RSD untuk metode pertama adalah 15%, hasil %RSD yang didapatkan dari metode pertama dapat diartikan metode pertama mempunyai keterulangan yang cukup baik, karena masih berada dalam batas rentang yang disyaratkan. Konsentrasi Pb dari hasil destruksi pertama melebihi limit deteksi sehingga hasil pengukuran dikatakan dapat dipercaya. Namun konsentrasi tersebut masih di bawah limit kuantitasi.

Pada metode kedua, nilai uji *recovery* rata-rata adalah 101%, berada pada rentang yang disyaratkan sehingga dapat dikatakan keakuratan metode kedua baik. %RSD metode kedua adalah 11%, hasil ini dapat digolongkan dalam kategori teliti. Seluruh konsentrasi dari destruksi kedua melebihi limit deteksi dan kuantitasi sehingga hasil pengukuran dikatakan dapat dipercaya. Dapat disimpulkan bahwa metode destruksi kedua lebih valid dari pada metode destruksi pertama untuk analisis Pb dalam rambut dengan AAS. Selain itu proses destruksi dengan metode kedua lebih praktis, lebih mudah, serta waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Jenis pengoksidasi yang digunakanpun lebih sedikit sehingga lebih hemat biaya.

Hasil penelitian Indrajati, dkk (2005) mengenai kandungan logam Pb dalam batang dan daun kangkung dengan metode destruksi yang juga menggunakan pengoksidasi HClO<sub>4</sub> dan HNO<sub>3</sub> menunjukkan hasil % *recovery* 97,34 ± 1,76%. Nilai ini masih berada pada rentang yang disyaratkan. Hasil % *recovery* tersebut dapat memperkuat kesimpulan bahwa destruksi menggunakan pengoksidasi HClO<sub>4</sub> dan HNO<sub>3</sub> memang mempunyai hasil yang baik.

### Simpulan

Hasil uji *recovery* metode pertama dengan menggunakan pengoksidasi campuran HNO<sub>3</sub>, HClO<sub>4</sub> dan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sebesar 115%, uji presisi yang dinyatakan dengan %RSD 15%. Sedangkan hasil uji *recovery* destruksi kedua dengan pengoksidasi HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub> adalah 101% dan presisi 11%, dengan linieritas 0,9983. Konsentrasi Pb hasil analisis yang terdeteksi oleh AAS dari kedua metode destruksi

memenuhi LoD namun hanya metode kedua yang memenuhi LoQ. Dari penelitian dan analisis data yang telah dilakukan menggunakan kedua metode destruksi analisis Pb dalam rambut dengan AAS menunjukkan hasil metode kedua dengan pengoksidasi HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub> lebih valid dengan kadar Pb sebesar 2,44 ppm.

### Daftar Pustaka

- Goldstein, B.D. and H.M. Kipen. 1994. *Hematologic Disorder. In Levy and Wegman (eds): Occupational Health Recognizing and Preveting Work-Realted Diseases*. (3rd ed). United Stated of America: Little Brown
- Indrajati, K. Hartatie, P. Imelda. 2005. Studi Kandungan Logam Pb dalam Tanaman Kangkung Umur 3 Dan 6 Minggu yang ditanam di Media yang Mengandung Pb. *Makara Sains*. 9 (2): 56-59
- Palar, H. 1994. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Rineka Cipta
- Reitz, L.L. Smith, W.H. Plumlee, M.P. 1960. A Simple, Wet Oxidation Precedure for Biological Materials. *Anal Chem*. 32: 1728
- Saeni, M.S. 1995. The Correlation Between the Concentration of Heavy Metals (Pb, Cu and Hg) in the Environment and in Human Hair. *Buletin Kimia*. 9: 63-70
- Somenath, M. and Roman, B. 2003. *Sample Preparation: an Analytical Perspective*. New Jersey: New Jersey Institute of Technology
- Toribara, T.Y. and Jackson, D.A. 1982. Non-destructive X-Ray Fluorescence Spectrometry for Determination of Trace Elements along a Single of Hair. *Analytical Chemistry*. Vol. 54. No. 11
- Wegscheider. 1996. *Validation of Analytical Methods, in Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry*. Berlin: Springer Verlag