

## Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering untuk Analisis Timbal dalam Tanah di Sekitar Laboratorium Kimia FMIPA UNNES

Dian Sri Asmorowati , Sri Susilogati Sumarti, dan Ida Iryani Kristanti

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Semarang  
Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229

### Info Artikel

Diterima Agustus 2020

Disetujui September 2020

Dipublikasikan November 2020

#### Keywords:

destruksi basah  
destruksi kering  
timbal  
tanah  
AAS

### Abstrak

Penelitian ini memiliki tujuan untuk mengetahui perbandingan metode destruksi basah dan destruksi kering untuk analisis timbal pada tanah di sekitar lingkungan laboratorium kimia FMIPA UNNES. Metode yang digunakan untuk penentuan kadar logam timbal adalah dengan metode AAS. Salah satu syarat analisis logam dengan menggunakan AAS adalah sampel harus berupa larutan, maka sebelum kadar logam dalam sampel dianalisis dilakukan destruksi terlebih dahulu. Destruksi merupakan suatu perlakuan untuk melarutkan atau mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan unsur-unsur didalamnya dapat dianalisis. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang biasa dilakukan yaitu destruksi basah dan destruksi kering. Untuk membandingkan hasil destruksi basah dan destruksi kering maka dapat dihitung nilai % *recovery*. Penelitian ini menggunakan metode spike dalam memperoleh nilai % *recovery*. Perbandingan metode destruksi basah dan destruksi kering terhadap analisis logam Pb pada tanah di sekitar Laboratorium Kimia FMIPA UNNES dapat diketahui berdasarkan nilai % *recovery*. Nilai % *recovery* pada metode destruksi basah sebesar 99,00 dan 98,90%. Sedangkan nilai % *recovery* pada metode destruksi kering sebesar 92,30 dan 87,90%. Berdasarkan nilai % *recovery* maka metode destruksi basah lebih baik daripada metode destruksi kering.

### Abstract

This study aims to determine the comparison of wet and dry digestion methods for the analysis of lead in the soil around the chemical laboratory environment of FMIPA UNNES. The method used to determine the content of lead metal is the AAS method. One of the requirements for metal analysis using AAS is that the sample must be in the form of a solution, so before the metal content in the sample is analyzed, digestion is carried out first. Digestion is a treatment to dissolve or change the sample into a measurable form of matter so that the content of the elements in it can be analyzed. Basically there are two types of digestion that are commonly carried out, namely wet digestion and dry digestion. To compare the results of wet digestion and dry digestion, the value of % *recovery* can be calculated. This study uses the spike method in obtaining the % *recovery* value. Comparison of wet and dry digestion methods to Pb metal analysis in the soil around the Chemical Laboratory of FMIPA UNNES can be determined based on the value of % *recovery*. The % *recovery* values in the wet digestion method were 99.00 and 98.90%. While the % *recovery* values in the dry digestion method were 92.30 and 87.90%. Based on the % *recovery* value, the wet digestion method is better than the dry digestion method.

© 2020 Universitas Negeri Semarang

✉ Alamat korespondensi:

Gedung D8 Lantai 1 Kampus Sekaran, Gunungpati, Semarang 50229

E-mail: [diansriasmorowati87@mail.unnes.ac.id](mailto:diansriasmorowati87@mail.unnes.ac.id)

p-ISSN 2252-6951

e-ISSN 2502-6844

## Pendahuluan

Laboratorium merupakan tempat kerja yang memiliki potensi sumber bahaya yang dapat menimbulkan risiko terjadinya gangguan keselamatan dan kesehatan kerja seperti kecelakaan kerja dan penyakit akibat kerja. Pada laboratorium kimia terdapat bahan-bahan kimia berbahaya yang dapat menimbulkan terjadinya kecelakaan. Risiko yang ada di laboratorium kimia adalah berkaitan dengan bahan utama yang digunakan yaitu bahan kimia. Laboratorium ini memiliki banyak potensi bahaya yang dapat menimbulkan dampak pada kesehatan dan lingkungan sekitar laboratorium.

Limbah laboratorium adalah limbah yang berasal dari kegiatan laboratorium. Limbah ini memiliki sifat khas yang berbeda dengan limbah yang berasal dari kegiatan industri karena biasanya memiliki keragaman jenis limbah yang sangat tinggi walaupun dari setiap macam bahan yang dibuang tersebut jumlahnya tidak banyak. Artinya limbah laboratorium kimia meskipun volumenya masih relatif kecil dibandingkan dengan limbah industri, namun justru mengandung jenis B3 yang sangat bervariasi dengan konsentrasi yang relatif tinggi. Oleh karena itu, limbah ini harus dikelola secara benar agar tidak menimbulkan pencemaran lingkungan dan gangguan kesehatan masyarakat (Hartono, 2015).

Kegiatan penelitian dan praktikum di laboratorium dapat menyebabkan terjadinya polutan pada tanah. Hal tersebut dapat berdampak negatif pada tanaman yang ditanami pada tanah tersebut dan juga berdampak terhadap kesehatan manusia serta hewan (Nasir *et al.*, 2019). Salah satu jenis limbah yang dihasilkan oleh laboratorium kimia ialah logam berat. Paparan kontaminasi logam berat yang hadir, meskipun dalam konsentrasi rendah di lingkungan, dapat menjadi berbahaya bagi kesehatan manusia. Limbah industri merupakan toksikan yang sangat berbahaya, terutama yang melibatkan logam berat dalam proses produksinya (Priadi *et al.*, 2014). Logam berat banyak digunakan pada industri, seperti industri kimia, semen, peleburan logam, pertambangan, baterai, cat dan industri lainnya. Kontaminasi oleh logam berat menjadi perhatian serius karena dapat mencemari tanah maupun air tanah serta dapat menyebar ke daerah sekitarnya melalui air, angin, dan terakumulasi oleh tumbuhan (Rismawati, 2012).

Salah satu bahan pencemar yang menjadi indikator untuk mendeteksi terjadinya pencemaran tanah adalah cemaran logam berat di dalamnya. Faktor yang menyebabkan logam berat termasuk dalam kelompok zat pencemar adalah karena adanya sifat-sifat logam berat yang tidak dapat terurai (*non degradable*) dan mudah diabsorpsi. Penyebaran logam berat di lingkungan sebagian besar disebabkan oleh pembuangan produk limbah (Ornella, 2011). Parameter limbah yang perlu untuk diketahui paling banyak di lingkungan adalah kadar logam yang bersifat racun atau toksik seperti timbal (Pb) (Habibi, 2020).

Metode yang digunakan untuk penentuan kadar logam-logam tersebut adalah dengan metode AAS (Raimon, 1993). Salah satu syarat analisis logam dengan menggunakan AAS adalah sampel harus berupa larutan, maka sebelum kadar logam dalam sampel dianalisis dilakukan destruksi terlebih dahulu untuk menghilangkan/memisahkan kandungan ion lain, dengan perlakuan awal diharapkan kesalahan pada saat analisis dapat ditekan seminimal mungkin (Murtini *et al.*, 2017). Destruksi merupakan suatu perlakuan untuk melarutkan atau mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan unsur-unsur didalamnya dapat dianalisis.

Pada dasarnya ada dua jenis pendestruksian yang biasa dilakukan yaitu destruksi basah dengan menggunakan pereaksi asam untuk mendekomposisi sampel dan destruksi kering dengan menggunakan pemanasan atau penghancuran dengan menggunakan suhu yang sangat tinggi. Menurut Raimon (1993) dalam suatu proses destruksi pelarut-pelarut yang dapat digunakan antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat dan asam klorida. Kesemua pelarut tersebut dapat digunakan baik itu tunggal maupun campuran. Setelah proses destruksi diharapkan yang tertinggal hanya logam-logam saja dalam bentuk ion (Hidayati *et al.*, 2014). Tujuan Penelitian ini ialah mengetahui perbandingan metode destruksi basah dan destruksi kering untuk analisis timbal pada tanah di sekitar lingkungan laboratorium kimia FMIPA UNNES.

## Metode

Alat yang digunakan yaitu *Atomic Absorption Spectrometry (AAS) Perkin Elmer AAnalyst 400*, neraca analitik *Mettler Toledo, Furnace Barnstead Thermolyse 1400, Hotplate Vision*, dan *Oven Memmert*. Sedangkan peralatan gelas yang digunakan antara lain labu takar 1 L, labu takar 100 mL, labu takar 25 mL, gelas beker 100 mL, pipet ukur 10 mL, pipet ukur 2 mL, krus dan pipet tetes. Peralatan gelas menggunakan merk *Iwaki*. Bahan yang digunakan adalah asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) 60-65%, asam klorida (HCl) 37%, larutan standar logam Pb 1000 mg/L produksi Merck dengan *grade pro analyst*, indikator universal, dan aquademin.

Metode destruksi pertama yang digunakan dalam penelitian ini ialah metode destruksi basah. Sampel tanah ditimbang sebanyak 0,5 gram. Selanjutnya sampel dilarutkan dengan campuran HNO<sub>3</sub> dan

HCl dengan perbandingan 5:2. Kemudian dipanaskan diatas hotplate hingga sampel larut. Pindahkan larutan sampel ke dalam labu takar 25 mL. Kemudian tambahkan aquademin hingga tanda batas. Larutan siap dianalisis dengan *Atomic Absorption Spectrophotometers* (AAS) pada panjang gelombang 283,31 nm.

Pada metode destruksi kedua yaitu metode destruksi kering. Sampel tanah ditimbang sebanyak 0,5 gram, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 3 jam. Selanjutnya sampel dimasukkan ke dalam furnace pada suhu 400°C selama 4 jam. Setelah dingin, sampel dilarutkan dengan campuran HNO<sub>3</sub> dan HCl dengan perbandingan 5:2. Kemudian dipanaskan diatas hotplate hingga sampel larut. Pindahkan larutan sampel ke dalam labu takar 25 mL. Kemudian tambahkan aquademin hingga tanda batas. Larutan siap dianalisis dengan *Atomic Absorption Spectrophotometers* (AAS) pada panjang gelombang 283,31 nm.

Selanjutnya untuk menentukan metode destruksi yang paling baik untuk analisis Pb dalam tanah maka dilakukan validasi metode yaitu uji akurasi. Penentuan akurasi dilakukan dengan metode uji *recovery* dengan penambahan standar (adisi). Larutan sampel ditambahkan 1 mL larutan standar Pb 1 ppm pada beaker glass. Selanjutnya tambahkan pelarut asam, kemudian diukur absorbansi logam Pb dengan AAS. Persen *recovery* dihitung dengan rumus:

$$\text{Recovery (\%)} = \frac{[C]_{\text{sampel+spike}} - [C]_{\text{sampel}}}{[C]_{\text{spike}}} \times 100\%$$

### Hasil dan Pembahasan

Pada penelitian ini dibandingkan dua metode destruksi sampel tanah untuk penentuan kadar Pb dengan AAS. Kadar Pb dalam tanah merupakan salah satu indikator terakumulasinya logam Pb dalam tanah. Salah satu syarat analisis logam dengan menggunakan AAS adalah sampel harus dalam berupa larutan, maka dari itu sebelum kadar Pb dalam tanah dianalisis dilakukan destruksi terlebih dahulu. Fungsi dari destruksi adalah untuk memutus ikatan antar senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Destruksi dilakukan untuk menguraikan bentuk senyawa logam menjadi bentuk logam-logam anorganik atau pemecahan senyawa menjadi unsur-unsurnya sehingga dapat dianalisis (Kristianingrum, 2012).

Destruksi pengabuan basah dilakukan dengan cara melarutkan sampel dalam pelarut asam, sedangkan destruksi pengabuan kering dilakukan dengan cara pemanasan sampel pada suhu tinggi sampai diperoleh abu kering, kemudian dilanjutkan pelarutan dengan pelarut asam (Waluyadi, 1999). Setelah proses destruksi diharapkan yang tertinggal hanya logam-logam saja dalam bentuk ion. Pelarut-pelarut yang dapat di gunakan untuk destruksi antara lain asam nitrat, asam sulfat, asam perklorat dan asam klorida, dari beberapa macam asam tersebut dapat digunakan secara tunggal maupun campuran. Dalam penelitian ini dilakukan analisis Pb pada tanah dengan membandingkan dua macam metode destruksi yaitu destruksi basah dan destruksi kering.

Pada metode destruksi kering pertama-tama sampel tanah sebanyak 0,5 g di keringkan dalam oven selama 3 jam pada suhu 100°C. Sehingga sampel tanah menjadi kering. Hal ini dilakukan dengan tujuan untuk mencegah pertumbuhan mikroba, menghilangkan kadar air, mencegah reaksi enzimatik dan timbulnya jamur atau kapang serta dapat tahan lama saat penyimpanan. Selanjutnya sampel tanah dimasukkan kedalam furnace untuk diabukan pada suhu 400°C sampai menjadi abu selama kurang lebih 4 jam. Setelah dingin larutkan abu dengan HNO<sub>3</sub> dan HCl dengan perbandingan 5:2. Selanjutnya larutan sampel dipanaskan diatas hotplate hingga sampel tanah larut. Kemudian masukkan larutan sampel kedalam labu takar 25 mL. Kemudian tambahkan aquademin hingga tanda batas. Larutan siap dianalisis dengan *Atomic Absorption Spektrophotometers* (AAS) pada panjang gelombang 283,31 nm.

Metode destruksi basah pada penelitian ini prosedur kerjanya hampir sama dengan metode destruksi kering, namun tanpa pengeringan menggunakan oven dan pengabuan menggunakan furnace. Sampel langsung dilarutkan ke dalam campuran HNO<sub>3</sub> dan HCl dengan perbandingan 5:2. Untuk memudahkan pelarutan sampel dalam asam maka dilakukan pemanasan dengan menggunakan hotplate. Selanjutnya masukkan larutan sampel ke dalam labu takar 25 mL, lalu tambahkan aquademin hingga tanda batas. Asam nitrat banyak digunakan untuk mempercepat proses destruksi dan merupakan oksidator yang kuat sehingga dengan penambahan oksidator ini dapat menurunkan suhu destruksi dengan demikian komponen yang dapat menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik. Penambahan asam mempunyai tujuan tersendiri. Pada metode destruksi dengan penambahan HNO<sub>3</sub> sebagai pengoksidasi karena HNO<sub>3</sub> merupakan pelarut logam yang baik, Pb teroksidasi oleh HNO<sub>3</sub> sehingga menjadi larut. Asam nitrat dikombinasikan dengan HCl sebagai campuran asam untuk mendestruksi, dimana HCl bertindak sebagai oksidator. Sehingga dapat mengubah logam menjadi senyawa logam klorida dan selanjutnya diubah menjadi kompleks anion yang stabil (Rusnawati *et al.*, 2018).

Untuk membandingkan hasil destruksi basah dan destruksi kering maka dapat dihitung nilai *recovery*. *Recovery* ditentukan melalui cara suatu contoh homogen dan stabil yang memiliki kandungan matriks mewakili dengan volume yang cukup (Sa'adah & Winata, 2010). Penelitian ini menggunakan metode spike dalam memperoleh nilai *recovery*. Dalam metode spike, sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa ditambahkan kedalam sampel, dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan) (Riyanto, 2014). Tabel 1 Berikut ini menunjukkan nilai *recovery* dari uji AAS untuk mengetahui kandungan logam Pb dalam sampel tanah.

**Tabel 1.** Nilai *Recovery* Uji AAS Pb pada Sampel Tanah

Jenis Destruksi	Pengulangan ke-	$[C]_{\text{sampel+spike}}$ (ppm)	$[C]_{\text{sampel}}$ (ppm)	$[C]_{\text{spike}}$ (ppm)	% Recovery
Kering	1	1,204	0,281	1	92,30
	2	1,223	0,344	1	87,90
Basah	1	1,448	0,458	1	99,00
	2	1,452	0,463	1	98,90

Dari hasil analisis diatas dapat kita lihat pada destruksi basah menunjukkan nilai persentase *recovery* sebesar 99,00 dan 98,90%. Sedangkan metode destruksi kering menunjukkan nilai persentase *recovery* sebesar 92,30 dan 87,90%. Apabila analit yang ditambahkan pada sampel sebesar 1% hingga 10% maka memiliki syarat nilai % *recovery* yang telah ditentukan yaitu 97-103% (Riyanto, 2014). Berdasarkan pernyataan tersebut maka destruksi basah yang memenuhi persyaratan nilai % *recovery*, dimana destruksi basah memiliki nilai % *recovery* pada rentang 97-103%.

Metode destruksi basah lebih baik daripada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang ngan suhu pengabuan yang sangat tinggi (Sumardi, 1981). Penelitian Nurmawati (2016) dan Rusnawati *et al.*, (2018) menunjukkan bahwa destruksi basah memberikan hasil yang lebih baik daripada destruksi kering. Pengabuan basah memberikan beberapa keuntungan. Suhu yang digunakan tidak dapat melebihi titik didih larutan dan pada umumnya karbon lebih cepat hancur daripada menggunakan cara pengabuan kering. pengabuan basah pada prinsipnya adalah penggunaan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah dengan maksud menghindari kehilangan mineral akibat penguapan (Priyanto, 1989).

### Simpulan

Perbandingan metode destruksi basah dan destruksi kering terhadap analisis logam Pb pada tanah di sekitar Laboratorium Kimia FMIPA UNNES dapat diketahui berdasarkan nilai % *recovery*. Nilai % *recovery* pada metode destruksi basah sebesar 99,00 dan 98,90%. Sedangkan nilai % *recovery* pada metode destruksi kering sebesar 92,30 dan 87,90%. Berdasarkan nilai % *recovery* maka metode destruksi basah lebih baik daripada metode destruksi kering.

### Daftar Pustaka

- Habibi, Y. 2020. Validasi Metoda Destruksi Basah dan Destruksi Kering pada Penentuan Logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) dalam Tanaman Rumput. *Integrated Lab Journal*, 01(01): 25–31
- Hartono, P. 2015. *Limbah Laboratorium*. Retrieved February 20, 2020, from [https://www.academia.edu/5609829/LIMBAH\\_LABORATORIUM](https://www.academia.edu/5609829/LIMBAH_LABORATORIUM)
- Kristianingrum, S. 2012. Kajian Berbagai Proses Destruksi Sampel dan Efeknya. Seminar Nasional Penelitian. *Pendidikan dan Penerapan MIPA*, 2(3): 195–202
- Murtini, Hasturi, R., & Gunawan. 2017. Efek Destruksi terhadap Penentuan Kadar Cu (II) dalam Air Sumur, Air Laut dan Air Limbah Pelapisan Krom Menggunakan AAS. *Jurnal Jurusan Kimia*, Fakultas MIPA. Universitas Diponegoro Semarang
- Nasir, M., Sulastri, S., & Hilda, M.M. 2019. Analisis Kadar Logam Timbal dan Arsenik dalam Tanah dengan Spektrometri Serapan Atom. *Jurnal IPA & Pembelajaran IPA*, 2(2): 89–99
- Nurmawati. 2016. *Perbandingan Destruksi Basah dan Kering pada Penentuan Logam Pb pada Eceng Gondok secara Spektrofotometri Serapan Atom* (Universitas Airlangga)
- Ornella, C. 2011. Pengaruh Penambahan pH terhadap Removal Logam Berat Timbal (Pb) oleh Bunga Kana (*Canna indica*) di Kelurahan Tambak Wedi, Kecamatan Kenjeran Surabaya. *ITS Paper*, 1-5

- Priadi, C.R., Anita, A., Sari, P.N., & Moersidik, S.S. 2014. Adsorpsi Logam Seng (Zn) dan Timbal (Pb) pada Limbah Cair Industri Keramik oleh Tanah Liat. *Reaktor*, 15(1): 10-19
- Priyanto, A. 1989. *Analisis Pangan*. Bandung: Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Pusat antar Universitas. IPB
- Raimon. 1993. *Perbandingan Metoda Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Yogyakarta: Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia
- Rismawati, S.I. 2012. Fitoremediasi Tanah Tercemar Logam Berat Zn Menggunakan Tanaman Jarak pagar (*Jatropha curcas*). *Jurnal ITS*, 1-7
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji Sesuai dengan ISO/ IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish
- Rusnawati, Y.B., & Alimuddin. 2018. Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Destruksi Kering terhadap Analisis Logam Berat Timbal (Pb) pada Tanaman Rumput Bebek (*Lemna minor*). *Prosiding Seminar Nasional Kimia 2018*. Kimia FMIPA Universitas Mulawarman. 73-76
- Sa'adah, E., & Winata, A.S. 2010. Validasi Metode Pengujian Logam Tembaga pada Produk Air Minum dalam Kemasan secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala. *Biopropal Industri*, 01(02): 31-37
- Sumardi. 1981. Metode Destruksi Contoh secara Kering dalam Analisa Unsur-Unsur Fe, Cu, Mn dan Zn dalam Contoh-Contoh Biologis. *Prosiding Seminar Nasional Metode Analisis*. Lembaga Kimia Nasional. Jakarta: LIPI
- Waluyadi. 1999. *Perbandingan Metode Destruksi Basah dan Kering untuk Penentuan Besi dan Seng dalam Daun Kangkung secara FAAS*. Universitas Diponegoro.