

PERBANDINGAN KADAR TIMBAL (Pb) DALAM URIN METODE AAS MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH TERBUKA DAN TERTUTUP DENGAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI

Faizal Suci Romadani

Jurusan Teknologi Laboratorium Medis Poltekkes Kemenkes Surabaya; barisanindah21@gmail.com

Ayu Puspitasari

Jurusan Teknologi Laboratorium Medis, Poltekkes Kemenkes Surabaya; ayupuspitasari25@gmail.com

Wisnu Istanto

Jurusan Teknologi Laboratorium Medis Poltekkes Kemenkes Surabaya; wisnu@poltekkesdepkes-sby.ac.id

Indah Lestari

Jurusan Teknologi Laboratorium Medis Poltekkes Kemenkes Surabaya; Indahless77@gmail.com

ABSTRACT

Lead contamination will have a negative impact if it enters the body in excessive amounts which can harm the body. One of the people who are at risk of being exposed to lead contamination is the garbage collector, at TPS there is a lot of household B2 waste, especially those containing lead (Pb) so that it is exposed to direct contamination of B2 waste. the best destructive solution in examining lead levels in the urine of waste officers. This research is an experimental study with a posttest only design conducted at the Regional Health Laboratory, Jl. Gayungsari Barat No. 124 Surabaya. The test material in this study was the urine of a garbage officer. The research sample is purposive sampling. Determination of lead levels was carried out by means of AAS (Atomic Absorption Spectrophotometry). The sample must be a clear solution so that preparation is carried out. There are two ways of sample preparation that can be carried out in the analysis of Pb in urine, namely open and closed wet digestion processes using oxidizing agents Nitric Acid (HNO₃), Sulfuric Acid (H₂SO₄) and Hydrogen Peroxide (H₂O₂). The results of the average measurement of lead levels in open wet digestion with oxidizing agents HNO₃ and H₂SO₄ (3:1) are 0.4348 mg/L and oxidizing agents HNO₃, H₂SO₄ and H₂O₂ (6:2:1) are 0.4138 mg/L, the average Pb content in closed wet digestion with oxidizing agents HNO₃ and H₂SO₄ (3:1) was 0.4018 mg/L and closed wet digestion with oxidizing agents HNO₃, H₂SO₄ and H₂O₂ (6:2:1) which is 0.3897 mg/L.

Keyword : Lead (Pb); Open and closed wet digestion; Various oxidizing agents; AAS

ABSTRAK

Kontaminasi timbal akan menimbulkan dampak negatif jika masuk kedalam tubuh dalam jumlah yang berlebihan yang dapat merugikan tubuh. Salah satu orang yang berisiko terkena kontaminasi timbal yaitu pengepul sampah, pada TPS banyak sampah B2 rumah tangga khususnya yang mengandung timbal (Pb) sehingga terkena kontaminasi langsung sampah B2 Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perlakuan yang paling efektif antara destruksi basah secara terbuka atau tertutup dan mengetahui larutan pendestruksi terbaik dalam pemeriksaan kadar timbal pada urin petugas sampah. Penelitian ini merupakan penelitian eksperimental dengan rancangan *posttest only design* yang dilakukan di Laboratorium Kesehatan Daerah Jl. Gayungsari Barat No. 124 Surabaya. Bahan uji dalam penelitian ini adalah urin petugas sampah. Sampel penelitian bersifat *purposive sampling*. Penentuan kadar timbal dilakukan dengan alat AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*). Sampel harus berupa larutan yang jernih sehingga dilakukan preparasi. Terdapat dua cara preparasi sampel yang dapat dilakukan dalam analisis Pb pada urin yaitu proses destruksi basah secara terbuka dan tertutup dengan menggunakan zat pengoksidasi Asam Nitrat (HNO₃), Asam Sulfat (H₂SO₄) dan Hidrogen Peroksida (H₂O₂). Hasil pengukuran rata – rata kadar timbal pada destruksi basah secara terbuka dengan zat pengoksidasi HNO₃ dan H₂SO₄ (3:1) yaitu 0,4348 mg/L dan zat pengoksidasi HNO₃, H₂SO₄ dan H₂O₂ (6:2:1) yaitu 0,4138 mg/L, rata – rata kadar Pb dalam destruksi basah secara tertutup dengan zat pengoksidasi HNO₃ dan H₂SO₄ (3:1) yaitu 0,4018 mg/L dan destruksi basah secara tertutup dengan zat pengoksidasi HNO₃, H₂SO₄ dan H₂O₂ (6:2:1) yaitu 0,3897 mg/L.

Kata kunci : Timbal (Pb); Destruksi basah terbuka dan tertutup; Variasi zat pengoksidasi, AAS

PENDAHULUAN

Kontaminasi timbal dapat ditemukan dimana saja, salah satunya pada sampah B2 rumah tangga. Sampah jenis B2 adalah setiap sampah yang mengandung bahan berbahaya dan beracun yang terdapat pada sampah rumah tangga¹. Salah satu orang yang berisiko terkena kontaminasi timbal yaitu pengepul sampah, pada TPS

banyak sampah B2 rumah tangga khususnya yang mengandung timbal ⁽²⁾. Timbal diekskresi melalui beberapa cara, yaitu sedimentasi pada urin, rambut dan kuku ⁽³⁾.

Pemeriksaan urin bisa memberikan gambaran tentang fungsi ginjal, saluran kemih baik bagian atas maupun bagian bawah, fungsi hati, infeksi pada saluran kemih dan lain-lain ⁽⁴⁾. Sebagai tahapan awal terkontaminasi timbal pemeriksaan urin tersebut yang paling dianjurkan. Ketika kadar urin diatas 0,02 µg/dL dianggap telah mencukupi sebagai diagnosis keracunan timbal. Dalam pemeriksaan logam berat metode yang digunakan adalah Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Pemeriksaan SSA dapat dilakukan dengan menggunakan metode destruksi kering dan basah ⁽⁵⁾. SSA metode destruksi kering digunakan untuk sampel seperti kuku, rambut dan jenis makanan, sedangkan SSA metode destruksi basah digunakan untuk sampel seperti urine, darah, dan jenis minuman. Destruksi basah banyak digunakan karena lebih sederhana, cepat, dan relatif murah serta tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi ⁽⁶⁾. Asam yang digunakan umumnya adalah asam klorida, asam nitrat, asam perklorat, asam fluorida, dan hidrogen peroksida. Pada destruksi basah dapat dilakukan 2 perlakuan yaitu destruksi basah secara terbuka dengan menggunakan hot plate dan secara tertutup menggunakan refluks ⁽⁷⁾.

Penelitian terdahulu sudah melakukan destruksi basah secara terbuka dan tertutup variasi zat pengoksidasi dengan jenis sampel yang berbeda – beda . Pada hasil analisis diperoleh konsentrasi logam timbal dalam sampel coklat batang menggunakan destruksi basah terbuka sebesar 1,720 mg/kg, sedangkan konsentrasi logam timbal dalam sampel coklat batang menggunakan destruksi basah tertutup sebesar 1,970 mg/kg ⁽⁸⁾. Metode destruksi basah yang paling efektif yaitu destruksi basah sistem tertutup dengan penggunaan asam HNO₃ pekat pada suhu 250°C selama 2 jam yang mempunyai nilai persen *recovery* sebesar 100.53% dengan konsentrasi logam timbal sebesar 13.565 mg/kg ⁽⁹⁾. Pada destruksi basah beberapa zat pengoksidasi yang digunakan diantaranya adalah HNO₃, HClO₄, H₂SO₄, H₂O₂ dan HCl karena diyakini dapat mengoksidasi timbal dengan baik ⁽¹⁰⁾. Pada ⁽¹¹⁾, menyatakan bahwa menggunakan perbandingan variasi zat pengoksidasi asam yaitu campuran HCl : HNO₃ sebagai variasi yang pertama. Sedangkan campuran HNO₃ : HClO₄ sebagai variasi yang kedua, zat pengoksidasi tersebut digunakan karena keduanya merupakan oksidator kuat sehingga akan mempercepat proses destruksi. Larutan pendestruksi terbaik yang di gunakan dalam penentuan kadar logam timbal pada sampel sosis kaleng adalah campuran antara HNO₃ p.a. + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a (6:2:1). Pada campuran ini HNO₃ p.a bertindak sebagai oksidator, sedangkan H₂SO₄ p.a dan H₂O₂ p.a bertindak sebagai katalisator ⁽¹²⁾.

Berdasarkan latar belakang diatas, maka perlu dilakukan penelitian mengenai kadar logam timbal dalam urin dengan preparasi sampel destruksi basah secara terbuka dan tertutup dengan perbandingan variasi pelarut yaitu, HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) dan HNO₃ p.a. + H₂SO₄ p.a + H₂O₂p.a (6:2:1) yang kemudian akan dianalisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

METODE

Jenis penelitian ini adalah penelitian eksperimental. Populasi penelitian ini adalah pengepul sampah yang bekerja di TPS Mulyorejo Surabaya. Jumlah subjek yang digunakan dihitung menggunakan rumus *Frederer* yaitu berjumlah 6 orang. Data yang diperoleh akan diuji normalitasnya dengan uji *Kolmogrov-Sminorv*. Jika data hasil penelitian menunjukkan nilai homogen dan distribusi normal maka dilanjutkan dengan uji *One Way Anova*. Tetapi jika data hasil penelitian menunjukkan nilai tidak berdistribusi normal maka menggunakan uji *Kruskal-Walis*.

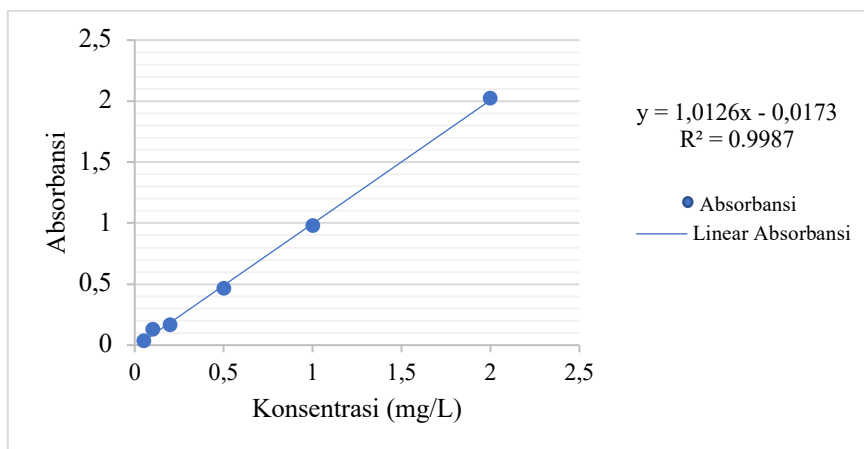
HASIL

Pengukuran kadar timbal urin pada penelitian ini diukur menggunakan alat *Atomic Absorption Spectrophotometry*. Langkah pertama dalam membuat kurva standar Pb dari hasil absorbansi pada konsentrasi 2ppm; 1 ppm; 0,5 ppm; 0,2 ppm; 0,1 ppm; 0,05 ppm dengan panjang gelombang 283 nm. Data yang diperoleh dapat dilihat pada tabel 1 sebagai berikut.

Tabel 1. Absorbansi Larutan Standar Pb Panjang Gelombang 283 nm

Konsentrasi standar (mg/L)	Absorbansi
2	2,0225
1	0,9878
0,5	0,4618
0,2	0,1658
0,1	0,1306
0,05	0,0353

Tabel 1 menunjukkan hasil absorbansi larutan standar Pb pada Panjang gelombang 283 nm, kemudian diolah untuk mendapatkan kurva standar serta persamaan garis regresi. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 1 sebagai berikut.



Gambar 1. Kurva Standar

Pada Gambar 1 menunjukkan nilai persamaan garis regresi yang didapat adalah $y = 1,0126x - 0,0173$ dengan nilai koefisiensi korelasi (R^2) = 0,9987. Sehingga, terdapat korelasi positif antara data absorbansi dengan konsentrasi. Semakin tinggi nilai konsentrasinya, maka nilai absorbansinya akan semakin tinggi. Berdasarkan persamaan regresi linear tersebut, maka kadar Pb pada sampel dapat ditentukan. Setelah didapatkan persamaan garis regresi, barulah dilakukan pengukuran kadar timbal pada tiap-tiap kelompok perlakuan. Diperoleh kadar timbal pada urin dengan pemeriksaan secara duplo sehingga didapatkan rata-rata nilai kadar timbal urin yang dapat dilihat pada tabel 2 sebagai berikut.

Tabel 2. Kadar Timbal Urin yang Telah Diberi Perlakuan

Sampel	Perlakuan Destruksi	Kadar Timbal (mg/L)
1	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4211
	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.3945
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.3053
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.286
2	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4139
	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.4042
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.2908
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.2691
3	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4211
	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.4525
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4790
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.4501
4	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4862
	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.4428
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4548
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.4645
5	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4428
	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.4163
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4307
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.4139
6	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4211
	Basah Terbuka HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.435
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄	0.4163
	Basah Tertutup HNO ₃ : H ₂ SO ₄ :H ₂ O ₂	0.438

PEMBAHASAN

Penelitian ini dilakukan dengan cara mengukur kadar timbal dalam urin metode AAS menggunakan destruksi basah secara terbuka dan destruksi basah secara tertutup. Destruksi basah terbuka dilakukan dengan pemanasan sampel dalam penangas di atas hotplate dengan suhu 100°C dengan adanya pengoksidasi asam-asam mineral baik tunggal maupun campuran. Destruksi basah secara tertutup menggunakan prinsip pelarut volatil yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi, namun akan didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut akan mengembun pada kondensor dan turun lagi ke dalam wadah reaksi sehingga pelarut akan tetap ada selama reaksi berlangsung¹³. Pada penelitian ini, zat pengoksidasi yang digunakan adalah HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) dan HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a (6:2:1). HNO₃ digunakan karena dapat melarutkan timbal⁽¹⁴⁾. Pada saat HNO₃ ditambahkan dalam sampel, warna sampel menjadi pudar hal ini menunjukkan bahwa proses pendestruksian sudah berlangsung. H₂SO₄ dan H₂O₂ berperan sebagai oksidator untuk mempercepat reaksi pemutusan ikatan antara logam timbal dengan senyawa organik yang ada di dalam sampel urin tersebut.

Pada penelitian ini kadar timbal yang dihasilkan destruksi basah terbuka dengan variasi zat pengoksidasi yaitu HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) secara keseluruhan memiliki rata-rata kadar timbal 0,4348 mg/L, sedangkan destruksi basah terbuka dengan variasi zat pengoksidasi yaitu HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a (6:2:1) secara keseluruhan memiliki rata-rata kadar timbal 0,4138 mg/L. Pada penelitian minuman ringan berkarbonasi yang dilakukan¹⁵ menggunakan destruksi basah terbuka menyatakan bahwa larutan pendestruksi terbaik adalah HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) daripada HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a (6:2:1), karena pada penelitian tersebut penambahan H₂O₂ bertindak sebagai penghambat sehingga menurunkan kerja larutan HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a.

Destruksi basah tertutup dengan variasi zat pengoksidasi HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) memiliki rata-rata kadar timbal 0,4018 mg/L dan destruksi basah tertutup dengan variasi zat pengoksidasi HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a (6:2:1) memiliki kadar timbal 0,3897 mg/L. Pada penelitian yang dilakukan oleh¹⁶ pada sampel sosis kaleng diketahui bahwa destruksi basah tertutup dengan zat pengoksidasi HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) lebih baik dibandingkan zat pengoksidasi HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a + H₂O₂ p.a (6:2:1). Karena HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1) sudah cukup kuat untuk merusak matriks sehingga Pb dapat terlarut dalam filtrat dengan sempurna. Pb yang terlarut relatif stabil dalam pelarut zat asam kuat dan Pb tidak dapat mengendap kembali karena diperkirakan sebagian besar polimer telah terhidrolisis

Pada penelitian ini ditemukan tidak ada perbedaan hasil antara destruksi basah secara terbuka dan tertutup dengan variasi zat pengoksidasi karena didapatkan hasil yang berbeda-beda disetiap perlakuannya. Pada sampel 1 hasil tertinggi terdapat pada destruksi basah terbuka HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1), sampel 2 hasil tertinggi terdapat pada destruksi basah terbuka HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1), sampel 3 hasil tertinggi terdapat pada destruksi basah tertutup HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1), sampel 4 hasil tertinggi terdapat pada destruksi basah terbuka HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1), sampel 5 hasil tertinggi terdapat pada destruksi basah terbuka HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1), dan sampel 6 hasil tertinggi terdapat pada destruksi tertutup HNO₃ p.a + H₂SO₄ p.a (3:1). Hal tersebut dapat terjadi karena pada saat preparasi sampel yaitu proses destruksi.

Pada destruksi terbuka mengalami penguapan yang dilakukan dalam kurun waktu singkat tetapi kadar timbal yang ada dalam larutan tersebut masih banyak. Pada saat destruksi basah tertutup terjadi proses penguapan pada kondensor selama 2 jam sehingga volume pada erlenmeyer hanya sedikit sehingga pada saat di ukur dengan alat AAS kadar timbal yang diperoleh lebih sedikit dari pada destruksi terbuka.

Penelitian yang dilakukan oleh¹⁷ proses penguapan dilakukan selama 3 jam pada destruksi tertutup karena diharapkan analit dan kadar timbal didalamnya juga lebih banyak dibandingkan destruksi basah terbuka. Sehingga lama waktu pada saat melakukan penguapan mempengaruhi kadar timbal pada destruksi basah secara terbuka dan tertutup. Pada akhirnya, hasil destruksi yang terbaca SSA mengalami penurunan yang signifikan bila dibandingkan dengan variasi jenis larutan pendestruksi HNO₃ dan H₂SO₄ secara terbuka.

Hasil penelitian yang sudah dilakukan di dapatkan kadar timbal yang masih berada dalam batas normal atau dalam batas toleransi. Pada urin manusia memiliki batas normal 150 mg/L. Kadar timbal pada petugas sampah di TPS Mulyorejo berasal dari sampah B2 rumah tangga yang kemudian dilakukan pemeriksaan urinnya karena urin tersebut dapat memberikan gambaran tentang fungsi ginjal, saluran kemih baik bagian atas maupun bagian bawah, fungsi hati, infeksi pada saluran kemih dan lain-lain. Sebagai tahapan awal pada keracunan timbal pemeriksaan urin tersebut yang paling dianjurkan karena timbal dalam urin juga dapat membantu menegakkan diagnosis.

KESIMPULAN

Kesimpulan yang didapatkan dari penelitian ini adalah tidak dapat ditentukan destruksi dan zat pengoksidasi terbaik pada pemeriksaan timbal pada urin, baik untuk metode preparasi sampel dekstruksi basah terbuka dengan zat pengoksidasi dan dekstruksi basah tertutup dengan zat pengoksidasi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Chandra. (2006). Pengantar Kesehatan Lingkungan.
2. Zulikhfan. (2004). Beberapa Faktor Yang Memengaruhi Pemanfaatan Pelayanan Kesehatan Oleh Pemulung Di TPA Namo Bintang.
3. Suciani. (2007). Kadar Timbal Dalam Darah Polisi Lalu Lintas Dan Hubungannya Dengan Kadar Hb.
4. Takwa, A., Bujawati, E., & Mallapiang, F. (2017). Gambaran Kadar Timbal Dalam Urin Dan Kejadian Gingival Lead Line Pada Gusi Anak Jalanan Di Flyover Jl. AP. Pettarani. *Journal Higiene*, 3(2), 116.
5. Andhini, N. F. (2017). Penentuan Kadar Timbal Dalam Minuman Ringan Berkarbonasi Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Journal Of Chemical Information And Modeling*, 53(9), 1689–1699.
6. Twyman, R. . (2005). Atomic Emission Spectrometry.
7. Namik. (2006). Trace Element Analysis Of Food And Diet.
8. Hidayat, Y. . (2015). Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Coklat Batang Menggunakan Variasi Metode Destruksi Dan Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (Ssa).
9. Andriyaningrum, S., Yusuf, B., & Gunawan, R. (2018). Perbandingan Metode Destruksi Basah Sistem Terbuka Dan Tertutup Terhadap Analisis Logam Timbal (Pb) Dalam Sampel Tanah Pada Daerah Bekas Pertambangan Di Samarinda Dengan Aas.
10. Harmita. (2006). Analisis Fisiko Kimia.
11. F. D. A. N., Naschan, M., Tri, A., & Sumarni, W. (2017). Uji Validitas Analisis Logam Fe Dalam Sedimen Sungai Kaligarang Dengan FAAS Dan ICP-OES. *Indonesian Journal Of Chemical Science*, 6(1), 11–18.
12. Nuraini. (2011). No Title.
13. Kalaskar, M. . (2012). *Quantitative Analysis Of Heavy Metals From Vegetables Of Amba Nalain Amravati District*.
14. Hidayati, E. (2013). Perbandingan Metode Destruksi Pada Analisis Pb Dalam Rambut Dengan Aas. *Indonesian Journal Of Chemical Science*.
15. Amin, M. (2015). Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Minuman Ringan Berkarbonasi Menggunakan Destruksi Basah Secara Spektroskopi Serapan Atom.
16. Diana Amalullia. (2016). Analisis Kadar Timbal Pada Eyeshadow Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Dan Metode Destruksi Basah Menggunakan Aas. 3(2), 13–22.
17. Rustika, O. (2016). Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Bedak Tabur Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Dan Metode Destruksi Basah Menggunakan Spektroskopi Serapan Atom (Ssa). *Uin Maulana Malik Ibrahim*.