

VERIFIKASI LOGAM TIMBAL PADA URIN DENGAN VARIASI ZAT PENGOKSIDASI DAN METODE DESTRUKSI BASAH PADA PEROKOK AKTIF

Dyna Putri Mayaserli^{1*}, Dewi Yudiana Shinta¹

¹*D-III Teknologi Laboratorium Medik, STIKes Perintis Padang
Jalan Adinegoro KM 17 Simpang Kalumpang Padang, Sumatera Barat*

**Email: dyna2205@yahoo.com*

ABSTRACT

Lead (Pb) is heavy metal which is naturally found in the earth's crust or originates from human activities, for example from combustion gas emissions in motorized vehicle engines. Republic of Indonesia Ministry of Health Number 1406 / MENKES / SKI / IX / 2002 concerning the examination of lead levels in human biomarker specimens human measurements of lead levels in the human body can be carried out by blood, urine and hair specimens. The purpose of this study is to determine the levels of lead metal in the urine of active smokers. The results of research on lead levels obtained on accuracy parameters, namely the accuracy test results for the method of wet destruction using HNO₃ has an average recovery of 71.8% while using HNO₃ added H₂SO₄ has an average recovery of 46.48%, precision test results are obtained % RSD method of destruction on HNO₃ was 28.80%. If on HNO₃ added 50.58% H₂SO₄, linearity test (r) 0.999, LoD value on HNO₃ 0.76 and on LoD HNO₃ H₂SO₄ added. Based on the results of the study of verification of lead metal using wet digestion in the urine of active smokers not in the range of acceptability conditions it indicates that the method cannot be valid for use in the examination of lead in urine by the method of wet destruction in the active smokers.

Keywords: Plumbum, Urine, Active Smokers, AAS

PENDAHULUAN

Timbal merupakan logam berat yang terdapat di dalam kerak bumi atau berasal dari kegiatan manusia, misalnya emisi gas sisa pembakaran dalam mesin kendaraan bermotor. Logam berat dalam tubuh manusia biasanya terdapat pada beberapa organ tubuh seperti ginjal, hati, kuku, jaringan adiposa, dan rambut (Mayaserli, Renowati, & Biomed, 2018) Analisa kandungan logam berat pada darah ataupun urin pada umumnya tidak bertahan lama dan dapat segera dikeluarkan melalui siklus metabolisme tubuh (Achadi, 2008), sedangkan analisis logam berat melalui rambut dapat diketahui secara akurat (Amirudin R, 2009). Hal ini disebabkan logam berat lebih bertahan lama dirambut, dimana jumlah logam

dalam rambut berkorelasi dengan jumlah logam yang diabsorpsi (Lawrence, 2003)

Sumber Pb dapat berasal dari alam dan sebagai akibat antropogenik (Sitepoe, 2000). Secara alamiah Pb di lingkungan berasal dari pelapukan geologis dan letusan gunung berapi. Aktivitas antropogenik masuknya Pb ke lingkungan berasal dari berbagai aktivitas antara lain pertambangan, peleburan, dan sebagai hasil samping dari industri accu, kabel, pigmen, produksi baja serta dari hasil pembakaran bahan bakar bensin yang mengandung zat aditif (Tetra Ethyl Lead) dan (Tetra Methyl Lead) (Palar, 1994)

Diperkirakan dari kegiatan pertambangan dan peleburan jumlah Pb yang diemisikan ke lingkungan sekitar 126.000 ton/tahun, dan dari

kegiatan lainnya sekitar 3 juta ton/tahun (Manahan, 1992).

Zat pengoksidasi seperti HNO_3 , HClO_4 , H_2SO_4 , H_2O_2 , dan HCl diyakini dapat mengoksidasi timbal zat pengoksidasi asam nitrat (HNO_3) dan campuran HNO_3 dengan HClO_4 merupakan pengoksidasi utama yang dapat memberikan hasil destruksi terbaik dibandingkan pengoksidasi lainnya (Harmita, 2006)

Keputusan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1406/MENKES/ SKI/IX/2002 tentang standar pemeriksaan kadar timah hitam pada spesimen biomarker manusia, pengukuran kadar timbal pada tubuh manusia dapat dilakukan melalui spesimen darah, urine dan rambut. Nilai ambang batas kadar Pb dalam specimen urine adalah 150 ug/ml creatinine (Bjork, J., Albin, M., Mauritzson, N., Stromberg, U., Johansson, B., and Hagmar, 2000)

Perokok aktif adalah orang yang merokok dan langsung menghisap rokok yang bisa mengakibatkan bahaya bagi kesehatan diri sendiri maupun lingkungan sekitar (John Adamson, 1990). Berdasarkan latar belakang di atas maka peneliti ingin melakukan penelitian tentang analisa kadar logam timbal Pb pada darah dengan variasi zat pengoksidasi dan metode destruksi basah pada perokok aktif.

METODE PENELITIAN

Penelitian ini bersifat Eksperimen. Desain penelitian adalah analisa pendekatan crosssectional dengan metode analisa laboratorium dan Uji Validasi Spektrofotometer Serapan Atom (AAS). Peralatan yang digunakan adalah: Spektrofotometer Serapan Atom, Labu Ukur 25 ml, beaker gelas, Pipet Gondok 5 ml dan corong. Bahan yang digunakan adalah: Urin, Aquades, HNO_3 , H_2SO_4 , Larutan standar Pb.

Pengukuran Larutan dengan Alat AAS

Panjang gelombang 283 nm, panjang logam yang diperoleh pada kurva absorpsi Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan terlebih dahulu dengan memasang

lampu katoda berongga Pb lalu dihidupkan tombol power pada alat AAS, kemudian diatur lampu sesuai dengan logam yang diinginkan melalui software, diatur maksimum ini digunakan untuk pengukuran konsentrasi logam Pb dalam sampel.

Pemeriksaan sampel dengan larutan HNO_3

Sampel urin diambil sebanyak 22,5 ml, masukkan ke dalam beaker glass, tambahkan Larutan Pb Sebanyak 2,5 ml dan tambahkan larutan HNO_3 sebanyak 5 ml. Kemudian dipanaskan dalam lemari asam sampai asam merah hilang. Sampel diangkat kemudian didinginkan, setelah dingin, pindahkan sampel ke dalam labu ukur 25 ml dengan menggunakan corong, tambahkan aquades hingga tanda batas labu ukur 25 ml, selanjutnya sampel diukur dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom (AAS).

Pemeriksaan sampel dengan larutan $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$

Sampel urin diambil sebanyak 22,5 ml, masukkan ke dalam beaker glass, tambahkan Larutan Pb Sebanyak 2,5 ml, tambahkan larutan HNO_3 sebanyak 5 ml, dan tambahkan Larutan H_2SO_4 5 ml, kemudian dipanaskan dalam lemari asam sampai asam merah hilang, sampel diangkat kemudian didinginkan, setelah dingin, pindahkan sampel ke dalam labu ukur 25 ml dengan menggunakan corong, tambahkan aquades hingga tanda batas labu ukur 25 ml, selanjutnya sampel diukur dengan alat Spektrofotometer Serapan Atom (AAS).

Validasi Pengukuran Pb pada urin metode AAS

a. Uji akurasi (ketepatan)

Uji ini dilakukan dengan cara menambahkan larutan baku pembanding (Pb 10 ppm) ke dalam sampel yang akan diperiksa sebelum didestruksi dengan sampel di duplo. Kemudian dilakukan uji blanko (tanpa penambahan larutan baku standar). Masing-masing sampel kemudian didestruksi dengan metode destruksi basah menggunakan HNO_3 , H_2SO_4 dan diukur menggunakan AAS pada panjang gelombang 283,3 nm (Al Anshori, 2005)

b. Uji presisi pengukuran Pb pada urin metode spektrofotometer serapan atom (AAS)

Metode uji presisi dilakukan secara repibilitas atau keterulangan dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat, yaitu dengan mengukur larutan sampel metode destruksi basah menggunakan HNO_3 , H_2SO_4 dan dengan sampel di duplo pada hari yang sama, kemudian data hasil absobrs dihitung simpangan bakunya.

c. Uji linieritas pengukuran Pb pada urin Metode Spektrofotometer Serapan atom (SSA)

Metode uji presisi dilakukan secara repitabilitas atau keterulangan dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat, yaitu dengan mengukur larutan sampel metode destruksi basah menggunakan HNO_3 dan H_2SO_4 dengan melakukannya duplo pada hari yang sama, hasil absorbansi di hitung simpangan bakunya.

d. Uji limit deteksi (LoD) dan limit kuantitas (LoQ) pengukuran Pb pada urin metode spektrofotometer serapan atom (AAS)

Uji ini dilakukan dengan mengukur konsentrasi standar yang paling rendah yang dapat terdeteksi absorbansinya.

$$\text{LoD} = 3 \times \text{SD}$$

Sedangkan LoQ dapat dihitung dengan rumus:

$$\text{LoQ} = 10 \times \text{SD}$$

Pengolahan Data pada penelitian ini menggunakan Uji Validasi, presisi dan akurasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel penelitian yang dipergunakan adalah urin sebanyak 10 sampel pada perokok aktif. Semua responden berjenis kelamin laki-laki yang diperiksa kadar timbal dalam urin.

Berdasarkan Tabel 1 diketahui bahwa distribusi responden berdasarkan umur sebagian besar berada pada kelompok umur 20-25 tahun yaitu berjumlah 4 orang dengan persentase 40%. Sedangkan berdasarkan jumlah rokok sebagian besar mengkonsumsi 10-20 batang rokok perhari yaitu berjumlah 5 orang dengan persentase 50% dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 1. Distribusi Koresponden Berdasarkan Umur

Umur	Jumlah	Persentase
20-25	4	40%
26-30	3	30%
31-35	2	20%
36-40	1	10%
41-45	0	0%
Total	10	100%

Tabel 2. Distribusi Responden Berdasarkan Jumlah Rokok

Konsumsi rokok/hari (batang)	Jumlah	Persentase
0 – 5	2	20%
5 – 10	3	30%
10 – 20	5	50%
Total	10	100%

Tabel 3. Distribusi Responden Berdasarkan Lama Konsumsi Rokok

Lama Merokok (tahun)	Jumlah	Persentase
3 – 5	3	30%
5 – 10	4	40%
10 – 20	2	20%
20 – 30	1	10%
Total	10	100%

Tabel 4. Distribusi Responden Berdasarkan Kandungan Timbal (Pb) dalam Urin

No	Sampel	Umur	Lama Merokok (th)	Kadar Pb HNO ₃ (mg/dl)	Kadar Pb H ₂ SO ₄ +HNO ₃ (mg/dl)
1	RG	37	20-30 th	0,384	0,636
2	DR	24	3-5 th	0,028	0,027
3	DN	35	10-20 th	0,274	0,305
4	RD	35	10-20 th	0,291	0,249
5	AL	27	5-10 th	0,006	0,856
6	AG	24	5-10 th	0,049	0,244
7	FZ	23	3-5 th	0,002	0,794
8	MD	25	3-5 th	0,120	0,356
9	AD	29	5-10 th	0,204	0,07
10	FA	28	5-10 th	0,020	0,275

Berdasarkan Tabel 3 diketahui bahwa distribusi responden berdasarkan lama konsumsi rokok sebagian besar telah lama merokok selama 5 – 10 tahun, yaitu berjumlah 4 orang dengan persentase 40%.

Berdasarkan Table 4 diketahui bahwa responden berdasarkan kandungan timbal (Pb) dalam urin pada larutan HNO₃ yang tertinggi terdapat pada sampel no 1 yaitu 0,384 mg/dl sedangkan kadar Pb dalam pada larutan HNO₃ ditambahkan H₂SO₄ kadar Pb tertinggi yaitu 0,856. Kemungkinan tingginya hasil uji yang didapat Karena larutan HNO₃ sebagai agen pengoksidasi utama, dan HNO₃ pelarut logam yang baik, Pb teroksidasi oleh HNO₃ sehingga menjadi larut. Sedangkan H₂SO₄ berfungsi sebagai katalis untuk mempercepat terputusnya reaksi logam timbal Pb dari senyawa yang ada dalam sampel. H₂SO₄ juga mempengaruhi lingkungan sehingga katalis ini tidak ikut bereaksi.

Campuran asam sulfat pekat dan asam nitrat pekat banyak digunakan untuk mempercepat proses destruksi. Kedua asam ini merupakan oksidator yang kuat. Dengan penambahan oksidator ini akan menurunkan suhu destruksi sampel yaitu pada suhu 35 °C, dengan demikian komponen yang dapat menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam sampel.

Uji Akurasi Analisa Timbal dalam Urin Pada Perokok Aktif.

Pada Destruksi Metode Basah dengan menggunakan HNO₃ mempunyai rata-rata recovery 96,24%. Dengan demikian metode destruksi sudah baik karena berada pada nilai persentase recovery yang disarankan yaitu 100% ±15 dengan nilai yang lebih mendekati 100%. Rentang tersebut dianggap baik karena menunjukkan bahwa metode tersebut mempunyai ketepatan yang tinggi dengan nilai sebenarnya. Dengan kata lain pada proses destruksi tidak adanya Pb yang hilang (Handoy S.Y., 2008)

Berdasarkan Tabel 5 diketahui bahwa responden dengan nilai presentase recovery dan koefisien varian kandungan timbal pada urin perokok menggunakan HNO₃ secara berturut-turut 71,8% dan 28,80%. Kandungan matriks atau ion-ion lain dapat mengganggu proses analisis logam berat dengan spektroskopi serapan atom. Hal ini mengakibatkan akurasi hasil analisis menjadi rendah. Oleh karena itu sebelum analisis dilakukan destruksi perlu dilakukan pemisahan kandungan ion lain, dengan seminimal mungkin. Metode perlakuan awal yang digunakan adalah metode destruksi yaitu dengan memutuskan ikatan unsur logam dengan komponen lain (Khopkar, 2008)

Tabel 5. Nilai Persentase Recovery Analisa Timbal dalam Urin pada Perokok Aktif Memakai Larutan HNO_3

No. Sampel	A	B	Konsentrasi Spike (Mg/l)	A-B	Jml	Mean	SD	%R	%CV
L.0783	1,133	0,384	1	0,749					
L.0784	0,477	0,028	1	0,4486					
L.0785	0,513	0,274	1	0,238					
L.0786	1,249	0,291	1	0,958					
L.1120	0,928	0,006	1	0,922					
L.1121	0,833	0,49	1	0,343	8,18	0,8816	0,2539	71,8	28,80
L.1122	0,784	0,002	1	0,782					
L.1123	0,814	0,12	1	0,694					
L.1124	1,121	0,02	1	1,101					
L.1125	0,964	0,02	1	0,944					

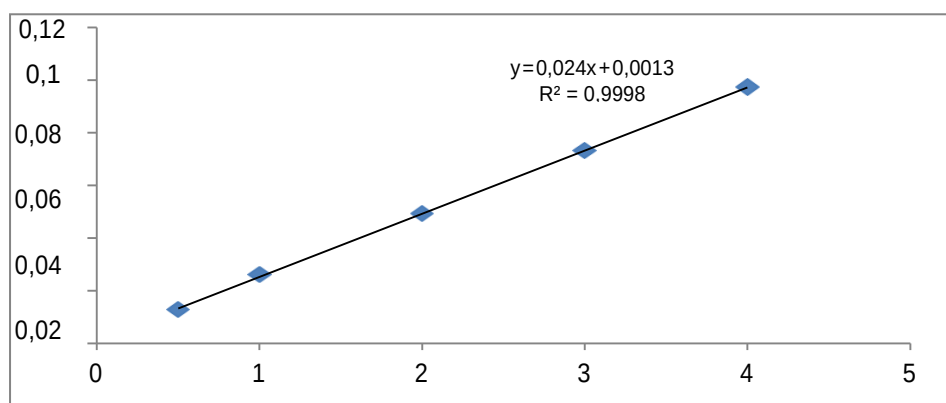
Tabel 6. Nilai Persentase Analisa Recovery Analisa Timbal Urin Perokok Aktif Menggunakan HNO_3 Ditambahkan H_2SO_4

No. Sampel	A	B	Konsentrasi Spike (Mg/l)	A-B	Jml	Mean	SD	%R	% CV
L.0783	0,759	0,636	1	0,123					
L.0784	0,347	0,027	1	0,32					
L.0785	0,274	0,305	1	-0,031					
L.0786	0,224	0,249	1	0,224					
L.1120	0,771	0,856	1	0,771					
L.1121	0,534	0,244	1	0,22	4,476	0,4476	0,2264	46,48	50,58
L.1122	0,715	0,794	1	0,715					
L.1123	0,321	0,356	1	0,321					
L.1124	0,201	0,07	1	0,063					
L.1125	0,33	2,75	1	0,248					

Berdasarkan Tabel 6 diketahui bahwa responden nilai kandungan timbal dalam urin perokok aktif menggunakan HNO_3 ditambahkan H_2SO_4 didapatkan persentase nilai recovery 46,48% dan nilai koefisien varian 50,58%. Hasil uji akurasi untuk metode destruksi basah dengan menggunakan HNO_3 mempunyai rata-rata recovery 71,8% sedangkan menggunakan HNO_3 ditambahkan H_2SO_4 mempunyai rata-rata recovery 46,48%. Hal ini menunjukkan metode destruksi ini memiliki nilai yang rendah dari nilai persentase recovery yang disarankan, yaitu pada rentang $100\% \pm 15\%$. Hal ini disebabkan oleh beberapa factor, yang pertama adanya ketidakpastian dalam kurasi baik dalam penggunaan alat maupun dalam pembacaan skala. Kedua faktor temperatur juga ikut berperan dalam kesalahan kalibrasi sehingga menyebabkan ketidakpastian baku.

Uji Presisi Analisa Timbal dalam Urine Perokok Aktif.

Koefisien variasi meningkat seiring dengan menurunnya konsentrasi analit. Pada kadar 1% atau lebih, standar deviasi relatif antara laboratorium adalah sekitar 2,5%. Pada kadar satu per sejuta (ppm) RSDnya adalah 16%, dan pada kadar part per bilion (ppb) adalah 32%. Pada metode yang sangat kritis, secara umum diterima bahwa RSD dimana harus lebih dari 2%. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diuji, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. $\text{RSD} \leq 1\%$ sangat teliti, $> 1\%$ dan $\leq 2\%$ teliti, $< 2\%$ - $\leq 5\%$ ketelitian sedang, $> 5\%$ tidak teliti.



Gambar 1. Hasil Uji Presisi Pemeriksaan Pb dalam Sampel Urin perokok aktif

Pada hasil perhitungan rumus didapatkan Nilai persentase RSD melalui metode destruksi pada HNO_3 sebesar 28,80 %. Sedangkan pada HNO_3 ditambahkan H_2SO_4 50,58% nilai yang diperoleh di atas pada rentang yang disyaratkan yaitu $>5\%$. Seluruh hasil metode yang telah dilakukan dalam penelitian ini menunjukkan hasil uji dari metode destruksi basah menggunakan HNO_3 menunjukkan hasil yang belum teliti dan menggunakan H_2SO_4 juga belum dapat dikategorikan teliti. Sehingga dapat disampaikan bahwa destruksi metode ini belum dapat dipercaya atau belum valid untuk menganalisa Pb dalam urin dengan menggunakan AAS.

Uji Linearitas Analisa Timbal dalam urin Pada Perokok Aktif

Grafik linieritas pengukuran Pb Berdasarkan pengukuran sederet larutan standar, diperoleh nilai korelasi (r) 0,999. Pada Gambar 1 dapat dilihat bahwa kurva kalibrasi standar tersebut mempunyai garis singgung yang linear, sehingga respon yang diberikan alat terhadap konsentrasi analit telah memenuhi syarat. Nilai yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan, dengan ketentuan $r < 0,99$. Hasil tersebut menunjukkan alat yang digunakan mempunyai respon yang baik terhadap sampel. Linieritas adalah suatu koefisien korelasi antara konsentrasi larutan standar baku dengan absorbansi yang dihasilkan yang merupakan suatu garis lurus. Metode analisis juga menggambarkan kemampuan

suatu alat untuk memperoleh hasil pengujian yang sebanding dengan kadar analitik alat dalam sampel uji pada rentang konsentrasi tertentu. Uji linieritas dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi yang dapat menghasilkan persamaan garis regresi serta nilai koefisien determinasi.

Uji *Limit of Detection* (LoD) dan *Limit of Quantitation* (LoQ) Analisa Timbal dalam Urin Perokok Aktif

Parameter limit deteksi (LoD) instrumen menunjukkan konsentrasi terkecil yang dapat terbaca oleh instrumen. Apabila konsentrasi berada di bawah limit deteksi maka sinyal yang ditangkap alat adalah sepenuhnya baik. Konsentrasi analit yang berada pada limit deteksi sudah sepenuhnya dapat dipercaya karena akurasi yang dihasilkan tinggi. Dari larutan standar baku Pb diukur, dengan menggunakan HNO_3 tambah H_2SO_4 dimana yang mendeteksi batas antara yang terukur dan menghasilkan konsentrasi terendah untuk Pb adalah 0,68 %. Sedangkan menggunakan HNO_3 mendeteksi konsentrasi terendah adalah 0,77%.

Sementara itu, limit kuantitas (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. jika presisi tinggi dipersyaratkan, maka konsentrasi LoQ lebih

tinggi harus dilaporkan. Hasil LoQ HNO_3 ditambahkan H_2SO_4 didapatkan dari perhitungan Rumus adalah 22,6%, dan nilai hasil LoQ pada HNO_3 didapatkan 25,3%.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang didapat:

1. Pada sampel kandungan Pb dari urin perokok aktif rata rata masih di bawah NAB yaitu sebesar 0,384 mg/l dengan HNO_3 , sedangkan dengan memakai larutan HNO_3 ditambahkan H_2SO_4 yaitu sebesar 0,856 mg/l. Normal kadar Pb dalam urin sesuai dengan Kepmenkes NO.1406 tahun 2002 yaitu $<10 \mu\text{g/L}$ Urin.
2. Berdasarkan perolehan harga Presisi HNO_3 yaitu 28,80% , Sedangkan harga Presisi H_2SO_4 ditambahkan HNO_3 yaitu 50,58%. Pada validasi metode destruksi basah menggunakan HNO_3 dan HNO_3 ditambahkan H_2SO_4 analisa unsur Pb dengan kisaran konsentrasi tersebut belum bisa dikatakan teliti karena hasil yang didapat dari penelitian dengan ketentuan harga Presisi >5 .
3. Berdasarkan perolehan harga Akurasi HNO_3 yaitu sebesar 71,8%, dan harga Akurasi pada HNO_3 ditambahkan H_2SO_4 yaitu sebesar 46,48%. Pada validasi metode destruksi basah menggunakan HNO_3 dan HNO_3 ditambahkan H_2SO_4 analisa unsur Pb dengan kisaran konsentrasi tersebut masih dibawah dan dapat dikatakan belum memenuhi persyaratan dengan ketentuan harga akurasi pada rentang $100\% \pm 15\%$.

DAFTAR KEPUSTAKAAN

- Achadi, E. L. (2008). *Gizi dan Kesehatan masyarakat*. Jakarta: PT. Rajagrafindo Persada.
- Al Anshori. (2005). *Spektrofotometri Serapan Atom. Materi Ajar Kimia*,.

Jakarta.

- Amirudin R. (2009). No Title. *Buku Ajar Ilmu Penyakit Dalam: Fisiologi Dan Biokimia Hati*, V(Internet Publishing), 627.
- Bjork, J., Albin, M., Mauritzson, N., Stromberg, U., Johansson, B., and Hagmar, L. (2000). *Smoking and Myelodysplastic Syndromes* (1th ed.; Lippincott Williams & Wilkins., ed.). New York.
- Handoy S.Y. (2008). *Anatomi dan Fisiologi untuk Paramedis* (2nd ed.). Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- Harmita, D. (2006). *Analisis Fisiko Kimia*.
- John Adamson, A. W. (1990). *Physical Chemistry Of Surface* (5th ed.; John Wille & Sons, ed.). Ner York.
- Khopkar, S. (2008). *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI Press.
- Lawrence, S. . (2003). *Liver Chirrosis in: Lawrence M., Tierney Jr, Stephen J, McPhee, Maxine A Current medical Diagnosis and Treatment. ed 42*. New York: McGrawHill.
- Manahan, S. . (1992). *Enviromental Chemistry.6th* (Ed. Lewis, ed.). Publisher.USA.
- Mayaserli, D. P., Renowati, R., & Biomed, M. (2018). ANALISIS KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) PADA RAMBUT KARYAWAN SPBU. *Sainstek : Jurnal Sains Dan Teknologi*, 9(1), 19. <https://doi.org/10.31958/js.v9i1.606>
- Palar, H. (1994). *Pencemaran dan toksikologi logam berat*.
- Sitepoe, M. (2000). *Kekhususan Rokok Indonesia*. (1st ed.). Jakarta: PT Grasindo.