

Validasi Metode Analisa Kadar Logam Fe Pada Rambut Masyarakat di Sekitar Kawasan Industri Semen

¹Corry Handayani, ²Miftahul Mushlih, ²Juni Lestari

¹Sekolah Tinggi Teknologi Nasional Jambi

²STIKES Perintis Padang

Detail Artikel

Diterima Redaksi : 31 Juli 2017

Direvisi : 09 November 2017

Diterbitkan : 28 April 2018

Kata Kunci

Validasi

Metoda analisa

Kadar logam Fe

Penulis Korespondensi

Corry Handayani

corry_037@yahoo.com

ABSTRAK

Logam berat dalam tubuh manusia biasanya terakumulasi pada beberapa organ tubuh seperti ginjal, hati, kuku, jaringan adiposa, dan rambut. Analisis kandungan logam berat pada darah ataupun urin tidak akurat. Logam berat yang berada pada darah atau urin tidak bertahan lama dan dapat segera dikeluarkan melalui siklus metabolisme tubuh sedangkan analisis logam berat melalui rambut lebih akurat. Hal ini disebabkan logam berat lebih bertahan lama di rambut. Jumlah logam dalam rambut berkorelasi dengan jumlah logam yang diabsorpsi oleh tubuh. Oleh karena itu, rambut dapat dipakai sebagai biopsi material. Telah dilakukan uji metode destruksi basah untuk penentuan kadar besi (Fe) dalam rambut. Destruksi basah menggunakan campuran HNO₃ dan HClO₄. Analisis kandungan besi (Fe) hasil destruksi dilakukan dengan Spectrophotometer Serapan Atom (SSA). 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 100.996%. Sementara itu, linearitas kurva standar diperoleh sebesar 0,997% dengan LoD 0.2731 mg/g dan LoQ 0.9104 mg/g Hasil ini dapat digolongkan dalam kategori teliti dapat disimpulkan bahwa metoda destruksi ini dapat dipercaya atau lebih valid untuk analisis Fe dalam Rambut dengan SSA.

PENDAHULUAN

Kemajuan teknologi dan pembangunan yang pesat akan meningkatkan kualitas hidup masyarakat. Akan tetapi, terdapat dampak negatif yaitu penurunan kesehatan akibat pencemaran limbah industri. Hal tersebut disebabkan, fasilitas atau peralatan untuk menangani dan mengelola limbah tersebut tidak memadai. Salah satu pencemaran pada lingkungan air, udara, dan tanah adalah logam berat. Beberapa logam berat yang berbahaya antara lain merkuri (Hg), timbal (Pb), tembaga (Cu), arsen (As), Besi (Fe) dan kadmium (Cd). Logam berat masuk ke dalam tubuh melalui beberapa jalur, diantaranya melalui makanan yang dikonsumsi baik yang berasal dari tanaman dan hewan, polusi udara yang berasal dari asap kendaraan bermotor dan asap pabrik, kosmetik, dan lain-lain (Margarof, 2003).

Logam berat yang masuk ke dalam tubuh manusia bereaksi dengan gugus S pada enzim. Enzim yang telah terkontaminasi oleh logam berat tersebut menjadi tidak aktif. Hal ini mengakibatkan metabolisme tubuh akan terganggu. Apabila metabolisme tubuh mengalami gangguan yang lebih lanjut dapat mengakibatkan kematian (Saeni, 2000). Logam berat dalam

tubuh manusia biasanya terakumulasi pada beberapa organ tubuh seperti ginjal, hati, kuku, jaringan adiposa, dan rambut. Analisis kandungan logam berat pada darah ataupun urin tidak akurat. Logam berat yang berada pada darah atau urin tidak bertahan lama dan dapat segera dikeluarkan melalui siklus metabolisme tubuh sedangkan analisis logam berat melalui rambut lebih akurat. Hal ini disebabkan logam berat lebih bertahan lama di rambut. Jumlah logam dalam rambut berkorelasi dengan jumlah logam yang diabsorpsi oleh tubuh. Oleh karena itu, rambut dapat dipakai sebagai biopsi material (Lawrence, 2001).

Validasi metode merupakan salah satu metode yang cukup penting dalam suatu analisis, karena dapat membuktikan kehandalan suatu metode dari suatu prosedur yang digunakan. Validasi metode analisis logam Fe dapat dilakukan dengan beberapa parameter, yaitu: akurasi (ketepatan), uji sensitivitas (presisi), uji linieritas, *Limit of Detection* (LoD) dan limit kuantitas (LoQ) (Wegscheider, 1996). Berdasarkan latar belakang di atas maka peneliti ingin melakukan penelitian mengenai Analisa Kadar Logam Fe pada Rambut Masyarakat di sekitar industri.

METODOLOGI PENELITIAN

Pembuatan Larutan Standar

- a. Pembuatan Larutan Induk Fe 100 ppm
Untuk Pembuatan larutan induk Fe 100 ppm di timbang FeNO_3 , dilarutkan dengan dengan sedikit aquades ke dalam labu ukur 500 ml, kemudian Larutan di tambahkan 10 ml H_2SO_4 pa. Tambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan
- b. Pembuatan Larutan Standar Baku Fe 10 ppm
Pipet 10 mL larutan induk Fe 100 ppm ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan air suling hingga tanda batas.
- c. Pembuatan deret standar 0,0 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,8 ; 1 ppm
Pipet 0, 2, 4, 8, 10 mL larutan induk 10 ppm ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan air suling hingga tanda batas.

Penentuan Konsentrasi Logam Fe pada Rambut Masyarakat di sekitar Industri semen dengan SSA.

Analisa ini menggunakan SSA dengan lampu katoda Fe dan panjang gelombang 480 nm. Selanjutnya set Zero alat dengan menggunakan larutan blanko, ukur absorbansi larutan standar Fe dari konsentrasi rendah ke konsentrasi tinggi. Sampel yang sudah didestruksi hingga didapatkan larutan jernih diukur absorbansinya, sehingga didapatkan kadar logam Fe pada sampel.

Metode Validasi

1. *Uji Akurasi (Ketepatan)*
Uji ini dilakukan dengan cara menambahkan larutan baku pembanding (Fe 6 ppm) ke dalam sampel yang akan diperiksa sebelum didestruksi, kemudian dilakukan uji blanko (tanpa penambahan larutan baku standar). Masing-masing sampel kemudian didestruksi dengan metode destruksi basah menggunakan HNO_3 dan HClO_4 dan diukur menggunakan SSA pada panjang gelombang 480 nm. (AOAC, 2012).
2. *Uji Presisi*
Metode uji presisi dilakukan secara reprodusibilitas atau keterulangan dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat, yaitu dengan mengukur larutan sampel metode destruksi basah menggunakan HNO_3 dan HClO_4 dengan 3 kali ulangan pada hari yang sama, kemudian data hasil absorbsi dihitung simpangan bakunya (Sumardi, 2002).
3. *Uji Limit Deteksi (LoD) dan Limit Kuantitas (LoQ)*
Uji ini dilakukan dengan mengukur konsentrasi standar yang paling rendah

yang dapat terdeteksi absorbansinya.

LoD dapat dihitung dengan rumus :

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

LoQ dapat dihitung dengan rumus :

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

4. Uji Linieritas

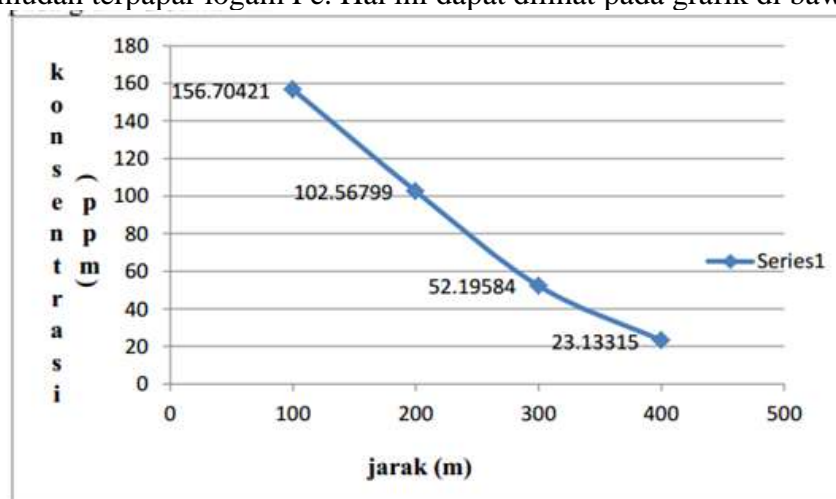
Uji ini dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar dengan beberapa macam konsentrasi standar Fe yang dimulai dari larutan tanpa Fe. Kemudian dilanjutkan dengan mengukur standar Fe 2, 4, 6, 8 dan 10 ppm. Setelah itu didapatkan harga “r”.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Konsentrasi Logam Fe Pada Rambut Masyarakat di Sekitar Industri Semen dengan SSA.

Pada metoda destruksi basah sampel rambut didestruksi dengan menggunakan campuran HClO₄ dan HNO₃ dengan perbandingan 1:5 sampai membentuk cairan hampir jernih. Tahap terakhir sampel diencerkan dalam labu ukur 50 mL dengan air deionisasi hingga tanda batas dan didapatkan larutan jernih kekuningan. Penambahan asam nitrat dikombinasikan dengan HClO₄ sebagai campuran asam untuk mendestruksi, dimana HClO₄ bertindak sebagai oksidan yang kuat (oksidator) untuk membantu HNO₃ mendekomposisi imatriks organik rambut. Sehingga rambut dapat larut secara sempurna.

Kadar Fe dalam rambut merupakan salah satu indikator terakumulasinya logam Fe dalam tubuh. Analisa kadar logam Fe pada rambut dilakukan dengan menggunakan SSA (Spektrofotometer Serapan Atom). Pada panjang gelombang 480 nm. Berdasarkan uji pemeriksaan di laboratorium kopertis wilayah x terhadap logam Fe pada rambut masyarakat di sekitar industri semen dengan menggunakan metoda destruksi basah diperoleh hasil sebagai berikut: Kadar Fe dalam rambut masyarakat di sekitar industri semen semakin dekat jarak antara rumah dengan industri semakin tinggi kadar Fe dalam rambut masyarakat tersebut karena lebih mudah terpapar logam Fe. Hal ini dapat dilihat pada grafik di bawah ini :



Gambar 1. Grafik Kadar Logam Fe dalam Rambut Masyarakat di Sekitar Industri Semen.

Pada grafik di atas bisa dilihat berdasarkan jarak industri dengan rumah yang jaraknya 100 m didapatkan 156.7042 mg/g, semakin dekat jarak rumah dengan industri maka semakin tinggi kadar logam Fe yang didapat. Tingginya kadar Fe dalam tubuh bisa menyebabkan keracunan dimana terjadi muntah, kerusakan usus, penuaan dini hingga kematian mendadak.

Sedangkan jarak rumah 400 m dari industri didapatkan kadar logam 23.1332 mg/g, kadar logam tersebut bisa dikatakan masih normal dan tidak berbahaya bagi tubuh.

Analisa sampel rambut berdasarkan tingkat kontaminasi logam Fe dapat ditentukan dalam rambut, karena dalam tubuh manusia logam Fe dalam bentuk anorganik terdistribusi dalam jaringan lunak terutama ginjal dan hati, kemudian akan mengalami redistribusi ke dalam tulang, gigi, dan rambut. Disamping itu rambut mempunyai beberapa keunggulan karena lebih mencerminkan tingkat kontaminasi dalam jangka waktu yang lama.

Uji Akurasi

Uji akurasi adalah untuk mengetahui keakuratan suatu metode pengukuran yang digunakan dalam analisis. Maka dilakukan evaluasi akurasi metode melalui uji perolehan kembali (*recovery*) untuk mengetahui adanya kadar logam yang hilang saat proses destruksi. Nilai presentase *recovery* yang mendekati 100% menunjukkan bahwa metode tersebut mempunyai ketepatan yang baik dalam menunjukkan tingkat kesesuaian nilai rata-rata dari suatu pengukuran yang sebanding dengan nilai sebenarnya (AOAC, 2012).

Tabel 1. Nilai Persentase *Recovery*

Sampel	Volume sampel	Spike Fe μ g	Jumlah Fe teoritis μ g	Jumlah Fe Analisis μ g	<i>Recovery</i>
A	10 ml	-	-	70.67	
A+2ml Fe 6 mg/l	10 ml	12	82.67	72.75	87.94%
A+2ml Fe 6 mg/l	10 ml	12	82.67	94.04	113.814%
A+2ml Fe 6 mg/l	10 ml	12	82.67	83.69	101.234%
		Rata-Rata Destruksi			100.996%

Pada Tabel 1 di peroleh nilai persentase *recovery* metoda dekstruksi basah dengan menggunakan HNO₃ dan HClO₄ mempunyai rata-rata *recovery* 100.996%. Dengan demikian metoda destruksi ini sudah baik karena rata-rata *recovery* diperoleh 100.996% yang berada pada nilai kisaran persentase *recovery* yang disarutkan, yaitu pada rentang 100% \pm 15. Rentang tersebut dianggap baik karena menunjukkan bahwa metoda tersebut mempunyai ketepatan yang baik dalam menunjukkan tingkat kesesuaian nilai rata-rata dari suatu pengukuran yang sebanding dengan nilai sebenarnya.

Uji Presisi

Uji presisi merupakan pengulangan dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat, Tingkat presisi dapat diperoleh dari nilai RSD (*Relative Standard Deviation*) hasil pengukuran sampel pada beberapa seri pengulangan. Semakin tinggi tingkat presisi dari suatu metoda maka semakin rendah nilai RSD-nya (Sumardi, 2002).

Tabel 2. Hasil Uji Presisi

Destruksi	Konsentrasi μ g/kg			%RSD
	I	II	III	
	8.35204	8.32294	8.43337	1.09%

Pada tabel 2 dapat dilihat nilai % RSD metode destruksi sebesar 1.09% Dengan demikian metoda destruksi ini sudah baik atau teliti presentase % RSD yang disyaratkan adalah <5%. Seluruh validasi metoda yang telah dilakukan dalam penelitian ini menunjukkan hasil uji dari metoda destruksi basah menggunakan HNO₃ dan HClO₄ pada metode ini diperoleh nilai uji recovery rata-rata adalah 100.996%, berada pada rentang yang disyaratkan sehingga dapat dikatakan keakuratan metoda ini baik. % RSD metoda ini adalah 1.09%, hasil ini dapat digolongkan dalam kategori teliti dapat disimpulkan bahwa metoda destruksi ini dapat dipercaya atau lebih valid untuk analisis Fe dalam Rambut dengan SSA.

Uji Deteksi (LOD) dan Uji Kuantitas (LOQ)

Parameter limit deteksi (LoD) instrumen menunjukkan konsentrasi terkecil yang dapat terbaca oleh instrumen. Pada konsentrasi terkecil yang berada pada limit deteksi alat sangat terbatas dalam membedakan antara sinyal analit dengan *noise*. Apabila konsentrasi berada di bawah limit deteksi maka sinyal yang ditangkap alat adalah sepenuhnya *noise*. Konsentrasi analit yang berada pada limit deteksi belum sepenuhnya dapat dipercaya karena akurasi yang dihasilkan rendah.

Tabel 3. Hasil uji LoD dan LoQ

No	Konsentrasi	Absorban	Yi	Y-Yi	(Y-Yi) ²
1	2.000	0.1558	0.10360	0.0522	0.00272484
2	4.000	0.3008	0.23400	0.0668	0.00446224
3	6.000	0.4342	0.36440	0.0698	0.00487204
4	8.000	0.5601	0.49480	0.0653	0.00426409
5	10.000	0.6689	0.62520	0.0437	0.00190969
Jumlah					0.0182329
SD x/y					0.09104
LOD					0.27312
LOQ					0.9104

Keterangan: C : Konsentrasi (ppm), y : Absorbansi, \hat{y} : "yi" yang diregresikan pada garis regresi, SD x/y : Standar Deviasi x/y, LoD : *Limit of Detection* ,LoQ : *Limit of Quantitation*

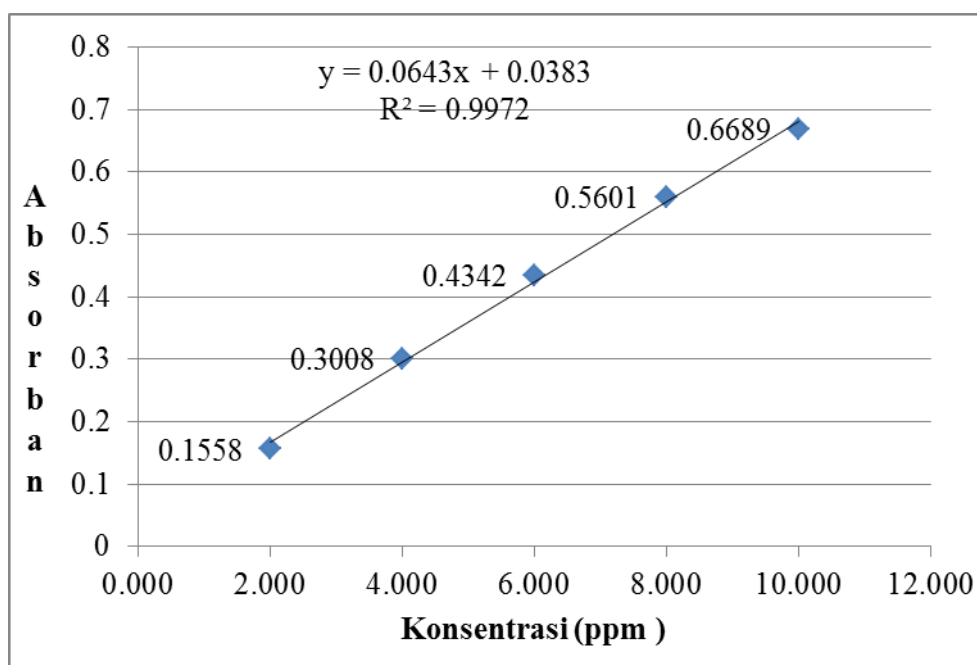
Tabel 3 menunjukkan hasil perhitungan nilai limit deteksi yang merupakan penjumlahan antara nilai rata-rata konsentrasi terkecil ditambah dengan hasil perkalian tiga kali standar deviasi x/y, sehingga didapatkan limit deteksi sebesar 0.27312 mg/g. Berdasarkan nilai tersebut dapat diketahui bahwa penggunaan instrumen pada penetapan Fe dalam sampel rambut dengan konsentrasi lebih besar dari 0.27312 mg/g. Dapat dipercaya sebagai sinyal alat terhadap analit. Namun, apabila konsentrasi analit kurang dari 0.27312 mg/g, sinyal yang dihasilkan tidak dipercaya sebagai analit, melainkan *noise*. Nilai 0.27312 mg/g merupakan konsentrasi terendah yang masih dapat dipercaya pada pengukuran dengan menggunakan instrumen yang dimaksud. 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. Jika konsentrasi LoQ menurun maka presisi juga menurun. Jika presisi tinggi dipersyaratkan, maka konsentrasi LoQ yang lebih tinggi harus dilaporkan. Hasil perhitungan menunjukkan LoQ sebesar 0.9104 mg/g.

Uji Linearitas

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). Untuk itu, dilakukan uji linieritas melalui pembuatan kurva kalibrasi standar dan pengukuran absorbansi deret larutan standar dengan AAS.



Gambar 2. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Fe (Besi)

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 $y = 0.064x + 0.038$ dan nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0.997. Pada gambar 2 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 $r = 0,997$ yang diperoleh telah memenuhi syarat yang ditetapkan, dengan ketentuan $r > 0,99$. Hasil tersebut menunjukkan alat yang digunakan mempunyai respon yang baik terhadap sampel. Alat dapat memberikan hubungan yang linear antara absorbansi dan konsentrasi larutan yang diukur. Dengan demikian, dapat dikatakan alat dalam kondisi baik dan persamaan garis lurus yang diperoleh dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi sampel.

SIMPULAN

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan:

1. Dari proses destruksi basah didapatkan kadar Fe dengan konsentrasi sampel tertinggi terdapat pada jarak 100 m dengan Kadar Fe 156.70421 mg/g.
2. Semakin dekat jarak rumah dengan industri maka semakin tinggi kadar logam Fe yang ada

pada sampel rambut.

3. Hasil uji validitas analisa Fe menggunakan metoda SSA dan destruksi basah dengan HNO_3 dan HClO_4 dapat digolongkan pada kategori teliti, dapat dipercaya atau valid dimana hasil uji akurasi 100.996%, presisi 1.09%. Linieritas R^2 0.997 %, LoD 0.27312, LoQ 0.9104.

DAFTAR PUSTAKA

- Anderson, 1987. *Sampel Pretreatment & Separation*. New York.
- Amad.J.S.,Eaton. 2005. Study on the Removal of Iron and *Manganese* in Groundwater by Granular Activated Carbon. *Elsevier*. Volume 182, Issues 1–3, Pages 1-528 (1 November 2005).
- Anonym. 1987. *Ubinsemen (SNI -03-0028-j987)*.Departemen Pekerjaan Umum, Yayasan Lembaga Penyelidikan Masalah Bangunan: Bandung.
- Amsyari, Fuad. 1997. *Prinsip-prinsip Masalah Pencemaran Lingkungan*. Surabaya: Ghalia Indonesia.
- Alsagaff,H,1993. Nilai Normal Faal Paru Orang Indonesia Pada Usia Sekolah Dan Pekerja Dewasa Berdasarkan Rekomendasi American Thoracic Society (ATS). Airlangga University Press, Surabaya.
- Sukirno&Murniasih, S. 2009. Analisis Unsur Fe, Ca, Ti, Ba, Ce, Zr dan La dalam Sedimen Laut di Semen anjung Muria dengan Metode XRF.*Prosiding Pusat Teknologi Akselerator dan Proses Bahan*. Jakarta: LIPI
- Sumardi. 2002. *Validasi Metode Pengujian*. Jakarta: Pusat Standardisasi dan Akreditasi Sekretariat Jendral Depertemen Pertanian
- Usman,H&Akbar.P.,2006.Pengantar Statistika. Edisi Kedua .Cetakan pertama.PT.Bumi Aksara. Jakarta. Makalah Pribadi Pengantar kepalsafah Sains (PP702) Program Pasca Sarjana Institut Teknologi Bandung.
- Underwood, A.L. dan Day R.A. 2001.*Analisa Kimia Kualitatif Edisi Keenam*. Jakarta: Erlangga.
- Wegscheider. 1996. *Validation of Analytical Methods, in Accreditation and Quality Assurance in Analytical Chemistry*. Berlin: Springer Verlag.