

## Article Review: Evaluation of the Effectiveness of Sample Preparation Comparison in Atomic Absorption Spectrophotometry (SSA) Instrument for Analyzing Lead Metal

## Review Artikel: Evaluasi Efektivitas Perbandingan Preparasi Sampel Pada Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Untuk Menganalisis Logam Timbal

Indah Syah Putri <sup>a\*</sup>, Dandy Satria Damara <sup>a</sup>, Muthia Nur Akifah <sup>a</sup>, and Marsah Rahmawati Utami <sup>a</sup>.

<sup>1</sup> *Jurusan Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Singaperbangsa Karawang, Karawang, Jawa Barat, Indonesia.*

Corresponding authors: [indahsyahputri147@gmail.com](mailto:indahsyahputri147@gmail.com)

### Abstract

Lead (Pb) is a hazardous substance that has the potential to damage human health and the environment. This article evaluates the effectiveness of two sample preparation methods, namely wet digestion and dry digestion, in analyzing lead using Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) through a literature review, obtaining data using Google Scholar's "Publish or Perish" feature with the keywords lead, AAS, sample preparation, and method validation. Inclusion criteria are journals published within the last 10 years, while exclusion criteria are journals that use methods other than AAS, focusing on other metals, or do not involving sample preparation methods involving destruction. The wet destruction method involves dissolving the sample in acid, while the dry destruction method uses high-temperature heating to form dry ash. The dry destruction method demonstrates better analytical performance than wet destruction, based on the parameters of recovery (98.5–104.2%), accuracy (absolute deviation <2%), and precision (%RSD <5%). These results indicate that dry destruction provides more accurate, precise, and consistent analysis, as well as more reliable quantification of elements such as heavy metals, compared to wet destruction, which tends to produce variations between replicates. Therefore, the dry destruction method is recommended for lead analysis using SSA because it is more effective and efficient.

*Keywords: Lead, Atomic Absorption Spectrophotometry (SSA), wet deconstruction, dry deconstruction, metal analysis.*

### Abstrak

Logam timbal (Pb) merupakan zat berbahaya yang berpotensi merusak kesehatan manusia dan lingkungan. Artikel ini mengevaluasi efektivitas dua metode preparasi sampel, yaitu destruksi basah dan destruksi kering, dalam menganalisis logam timbal menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) menggunakan metode tinjauan pustaka dalam memperoleh data menggunakan *Publish or Perish* dari *Google Scholar* menggunakan kata kunci *logam timbal, SSA, preparasi sampel, dan validasi metode analisis*. kriteria inklusi yang menggunakan jurnal yang diterbitkan dalam 10 tahun terakhir dan kriteria eksklusi dimana jurnal menggunakan metode selain SSA, fokus terhadap logam lain, tidak menggunakan metode preparasi sampel dengan menggunakan destruksi. Metode destruksi basah melibatkan pelarutan sampel menggunakan asam, sedangkan metode destruksi kering menggunakan pemanasan suhu tinggi hingga terbentuk abu kering. Metode destruksi kering menunjukkan kinerja analitis yang lebih baik dibandingkan destruksi basah, berdasarkan parameter recovery (98,5–104,2%), akurasi (deviasi absolut <2%), dan presisi (%RSD <5%). Hasil ini menunjukkan bahwa destruksi kering memberikan analisis yang lebih akurat, presisi, dan konsisten, serta lebih andal dalam kuantifikasi unsur seperti logam berat, dibandingkan destruksi basah yang cenderung menghasilkan variasi antar replikasi. Dengan demikian, metode destruksi kering direkomendasikan untuk analisis timbal menggunakan SSA karena lebih efektif dan efisien.

*Kata Kunci: Timbal, Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), destruksi basah, destruksi kering, analisis logam.*



Copyright © 2020 The author(s). You are free to : **Share** (copy and redistribute the material in any medium or format) and **Adapt** (remix, transform, and build upon the material) under the following terms: **Attribution** – You must give appropriate credit, provide a link to the license, and indicate if changes were made. You may do so in any reasonable manner, but not in any way that suggests the licensor endorses you or your use; **NonCommercial** – You may not use the material for commercial purposes; **ShareAlike** – If you remix, transform, or build upon the material, you must distribute your contributions under the same license as the original. Content from this work may be used under the terms of the [Creative Commons Attribution-NonCommercial-ShareAlike 4.0 International \(CC BY-NC-SA 4.0\) License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

#### Article History:

Received: 08/10/2024,  
Revised: 22/08/2025.  
Accepted: 25/08/2025,  
Available Online: 09/09/2025.

#### QR access this Article



<https://doi.org/10.36490/journal-jps.com.v8i3.672>

## Pendahuluan

Timbal (Pb) adalah logam berat yang cukup dikenal karena memiliki sifat toksik terhadap kesehatan manusia. Umumnya industri semakin berkembang yang menyebabkan rentan terjadinya sumber pencemaran logam yang sering ditemukan pada perairan sehingga analisis timbal dalam lingkungan sangat penting dilakukan[1]. Hal tersebut dikarenakan dapat menimbulkan dampak buruk dikarenakan lingkungan mengalami pencemaran logam berat dalam jumlah yang tinggi. Logam timbal yang terdapat dalam tubuh dapat mengakibatkan toksik jika tercerna oleh tubuh manusia, hal tersebut dapat diperoleh dengan proses bioakumulasi [2]. Logam timbal yang terdapat pada dalam tubuh akan berikatan dengan sel darah merah yang menyebabkan terjadinya gangguan pada proses sintesis hemoglobin, kontaminasi yang disebabkan oleh timbal akan mengakibatkan penurunan terhadap konsentrasi hemoglobin [3].

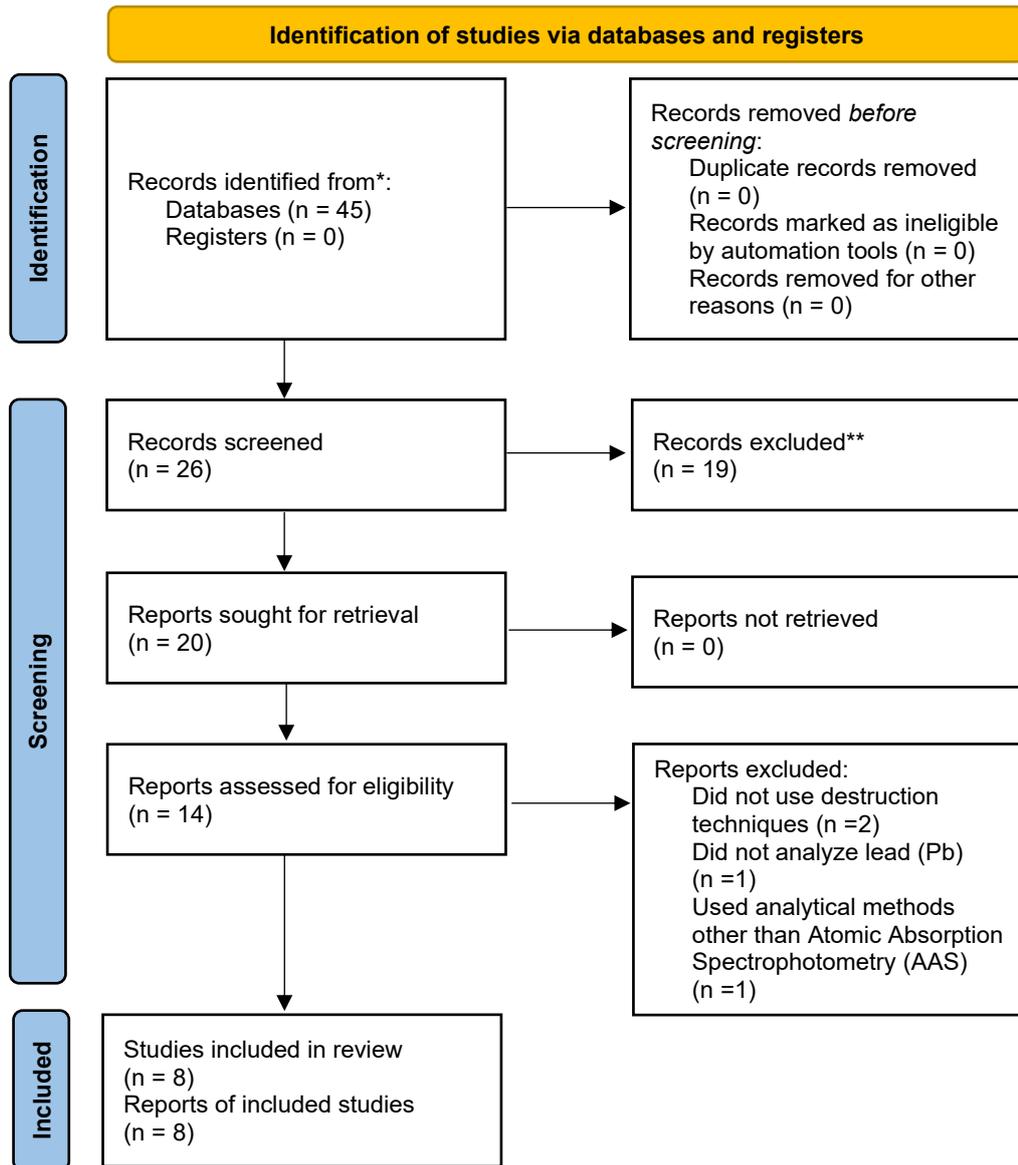
Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) umum digunakan untuk menganalisis logam timbal. SSA merupakan alat yang dapat menentukan unsur-unsur dari logam dan semilogam dengan berlandaskan penyerapan radiasi dari atom bebas. Selain itu, SSA sering digunakan dalam analisis logam timbal dikarenakan memiliki sensitifitas yang tinggi, mudah, murah, sederhana, dan proses yang singkat[3].

Pada analisis logam timbal dengan menggunakan SSA umumnya dilakukan preparasi sampel dengan menggunakan metode destruksi. Destruksi adalah proses untuk mengubah sampel menjadi bentuk yang dapat dianalisis, dengan tujuan melarutkan unsur-unsur yang ada di dalamnya, metode ini umumnya dibagi menjadi dua dimana terdapat metode destruksi basah dan metode destruksi kering yang disimpulkan pada kedua metode tersebut memiliki kelebihan dan kekurangannya tersendiri [4] Pada metode yang digunakan dalam mendapatkan hasil yang akurasi maka diperlukan beberapa langkah seperti menggunakan laboratorium dengan kondisi yang baik dan menggunakan preparasi sampel dengan sangat teliti seperti, menggunakan pelarut yang baik dan sesuai, penghilangan kontaminan, menyesuaikan dengan prosedur, dan menggunakan alat yang telah terkalibrasi [5].

Review jurnal ini memiliki tujuan untuk dapat membandingkan metode preparasi sampel pada analisis logam timbal, mengukur efektivitas Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dalam analisis timbal, mengevaluasi efektivitas metode preparasi sampel untuk analisis logam timbal dengan SSA.

## Metode

Dalam review jurnal ini, metode yang digunakan adalah Literatur Review, di mana data diperoleh melalui aplikasi Publish or Perish yang terintegrasi dengan Google Scholar. Pencarian dilakukan dengan menggunakan kata kunci "Timbal", "Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)", "Destruksi basah", "Destruksi kering", "Analisis logam". Kriteria inklusi yang diterapkan mencakup jurnal yang diterbitkan dalam 10 tahun terakhir, yang menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), menganalisis logam timbal, serta menerapkan metode preparasi sampel dengan teknik destruksi. Di sisi lain, kriteria eksklusi mencakup jurnal yang menggunakan metode analisis selain SSA, yang fokus pada analisis logam lain selain timbal, serta yang tidak menggunakan metode preparasi sampel dengan teknik destruksi. Tujuan dari review artikel ini adalah untuk membandingkan efektivitas antara teknik destruksi basah dan destruksi kering dalam analisis logam timbal menggunakan metode SSA. Proses pemilihan artikel dimulai dengan pengumpulan data melalui Publish or Perish, diikuti dengan penyaringan awal berdasarkan kriteria inklusi dan eksklusi. Selanjutnya, artikel yang terpilih dianalisis untuk memperhatikan metodologi, hasil, dan diskusi yang ada. Berikut adalah diagram prisma dari hasil pencarian yang telah dilakukan.



## Hasil

Dalam membandingkan efektivitas penggunaan destruksi basah ataupun destruksi kering pada metode SSA, maka yang harus diperhatikan adalah tingkat keakuratannya. Adapun faktor atau parameter yang perlu dibandingkan seperti nilai *recovery*, tingkat akurasi dan presisi, nilai absorbansi, dan lain sebagainya.

Fokus utama adalah perbandingan nilai *recovery*, yang merupakan nilai perolehan kembali yang diperoleh dari artikel-artikel jurnal ilmiah yang membahas analisis timbal yang terkandung dalam sembarang sampel menggunakan metode SSA baik destruksi basah maupun destruksi kering, dan dilampirkan dalam table dibawah ini.

No	Pustaka	Destruksi	Sampel	Uji Recovery (bpj/ppm)	Hasil
1	[6]	Kering	6 macam <i>eyeshadow</i> yang berasal dari pasar Kiaracandong, sampel dipanaskan dalam oven pada suhu 110° C selama 1 jam lalu dinginkan dalam desikator selama 15 menit. Setelah itu ditambahkan dengan 2 ml HCl 10 N. Lalu panaskan lagi sampai menjadi karamel lalu larutkan dengan HNO <sub>3</sub> 0,1 N dalam labu ukur 25 ml sampai batas	Larutan standar timbal yang telah dibuat sebelumnya. Mengencerkan sekian Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> dengan aqua dm dalam labu ukur 25 ml sehingga mendapatkan tingkat konsentrasi yang diinginkan yaitu 1 bpj, 4 bpj, dan 7 bpj. Dimana masing-masing tingkat konsentrasi berbeda dimasukkan ke dalam sampel.	102%
2	[7]	Basah	Asam askorbat atau yang lebih dikenal dengan nama vitamin C dilarutkan dalam aqua dest, akuades dipilih sebagai pelarut karena asam askorbat memiliki sifat mudah larut dalam air.	Larutan vitamin C di adisi dengan larutan standar timbal dengan konsentrasi 5 bpj; 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 45, dan 50.	83%
3	[8]	Kering	Susu formula hamil ditimbang dalam cawan porselin sebanyak 0,5g kemudian diarangkan dengan pemanas listrik sambil ditambahkan 1 mL Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .6H <sub>2</sub> O 10 % dan dilanjutkan pemanasan sampai terbentuk karbon dan tidak menimbulkan asap lagi. Dilanjutkan pengabuan dengan tanur pada suhu 420° C sampai abu berwarna putih. Dilarutkan menggunakan 3 mL HCl kemudian dipanaskan hingga kering menggunakan penangas listrik. Selanjutnya, menambahkan 5 mL larutan HNO <sub>3</sub> 0,1 M. Kemudian dilarutkan pada labu ukur 25 ml dengan aquademin.	Ditentukan dengan menambahkan sejumlah standar Fe ke dalam sampel susu dengan konsentrasi 0; 2; 4; 8 mL larutan standar Fe 500 mg/L kemudian dilakukan proses destruksi kering dan pengulangan sebanyak tiga kali.	100,91%

4	[8]	Basah	Sampel susu formula ditimbang sebanyak 0,5g lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer 50mL dan tambahkan 15mL HNO <sub>3</sub> pekat lalu diaduk 15 menit setelah proses pemanasan menggunakan penangas listrik selama 15 menit atau sampai volume HNO <sub>3</sub> sampai 1,5-3 mL hingga sampel mulai mengering namun belum membentuk arang, lalu tambahkan HCl 12,5mL dan dilakukan pemanasan kembali dalam waktu 15 menit hingga letupan Cl <sub>2</sub> berhenti. Pemanasan ditambahkan hingga sisa volume berkisar 3-5 mL, sampel mendidih dilarutkan menggunakan aquademin 10mL pindahkan dalam labu ukur 25mL larutkan sampai batas.	Ditentukan dengan menambahkan sejumlah standar Fe pada sampel sebanyak 0; 2; 4; 8 mL larutan standar Fe 500 mg/L. Selanjutnya, dilakukan proses destruksi kering dan pengulangan sebanyak tiga kali.	98,43%
5	[9]	Basah	Rambut sebanyak 0,1 g dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 ml, rendam 10 ml aseton teknis selama 15 menit sambil diaduk lalu bilas dengan akuades. Rendam dengan 10 ml aseton <i>pro analyst</i> selama 15 menit aduk dan tiriskan. Lalu taruh dalam Erlenmeyer 100 ml tambah HNO <sub>3</sub> 8 M dimkan selama 1 jam lalu panaskan selama 2 jam dengan <i>hotplate</i> di suhu 40°C, dinginkan dan tambah 0,4 ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> pekat, panaskan selama 1 jam. Ditambahkan 2 tetes larutan HNO <sub>3</sub> 8 M dan HClO <sub>4</sub> (1:2). Jika terjadi perubahan warna dari coklat berubah	Disiapkan 3 buah sampel yang masing masing ber volume 50 ml. Setiap sampel ditambahkan analit secara berurut 0.3 ppm, 0.5 ppm, 1 ppm. Lalu diperhatikan nilai <i>recovery</i> setiap sampel untuk mendapatkan nilai rata rata.	115%

			menjadi kuning bening dipanaskan larutan dalam waktu 15 menit lalu dijadikan 50 ml menggunakan air deionisasi.		
6	[10]	Basah	Memotong segmen rambut sekitar 5 - 10 mm Panjang dan berat 2 mg. cuci dengan air deionisasi pada <i>shaker</i> mekanis lalu rebus selama 15 menit dan destruksi dengan larutan HNO <sub>3</sub> 8 M dan HClO <sub>4</sub> (1:5). Hingga membentuk cairan hampir jernih, dan encerkan dalam labu ukur 50 ml sampai tanda batas.	Larutan Pb(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> yang diencerkan dengan HNO <sub>3</sub> 1 M dengan labu ukur 1L hingga tanda batas, lalu dilakukan pengenceran sehingga dapat konsentrasi Pb 0,6 ppm, ditambahkan ke dalam sampel yang belum didestruksi dengan 3 kali pengulangan, kemudian dilakukan uji blangko sehingga mendapatkan nilai <i>recovery</i> sampel.	96%
7	[5]	Kering	Coklat sebanyak 10 g dimasukkan kedalam krusibel porselen, dipanaskan dengan pemanas Listrik sampai tidak muncul asap lagi, lalu pengabuan oleh tanur di suhu 450°C sampai abu berwarna putih. Abu dilarutkan dalam 5 ml HCl 6 M ditambahkan 10 ml HNO <sub>3</sub> 0,1 M lalu disaring kedalam labu ukur 50 ml tambah akuabides sampai tanda batas.	Dengan menyiapkan 5 tabung propilena yang sudah diisikan oleh sampel 0,2 g dan ditambahkan 5 ml HNO <sub>3</sub> pekat, selanjutnya ditambahkan larutan standar pb dengan konsentrasi 30mg/kg sebanyak 0,25 ml. Lalu didestruksi dengan gelombang mikro selama 2 menit, diamkan 5 menit, dan dinginkan 5 menit dalam suhu ruang.	86%
8	[11]	Kering	Tanah seberat 0,5 g dikeringkan dalam oven selama 3 jam pada suhu 100°C, selanjutnya dimasukkan dalam furnace untuk diabukan pada suhu 400°C selama 4 jam. Habis itu sampel dilarutkan ke dalam campuran HNO <sub>3</sub> dan HCl perbandingan 5:2, dipanaskan diatas <i>hotplate</i> lalu masukkan dalam labu ukur 25 ml.	menggunakan metode spike dalam memperoleh nilai <i>recovery</i> . Dalam metode spike, sampel dianalisis dan didapatkan analit awal sebesar 0,2 ppm. Lalu analit lain sebesar 1 ppm ditambahkan kedalam sampel, dan dianalisis lagi sehingga didapat nilai perolehan.	92%

## Pembahasan

Logam timbal merupakan zat berbahaya yang dapat merusak lingkungan maupun kesehatan. Hal tersebut tertera pada UU No. 32 Tahun 2009 tentang Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup (PPLH) dimana limbah Bahan Berbahaya dan Beracun (B3) dalam Pasal 59 Ayat (1) dikatakan "Setiap orang yang menghasilkan limbah B3 wajib melakukan pengelolaan limbah B3 yang dihasilkannya." Dan pada Pasal 69 Ayat (1) dikatakan "Setiap orang dilarang melakukan perbuatan yang mengakibatkan pencemaran dan/atau perusakan lingkungan hidup "[12]. Berdasarkan Peraturan Pemerintah No. 82 Tahun 2001 logam timbal (Pb) dikatakan melewati ambang batas maksimum jika lebih dari 0,03 mg/L [13] Logam berat merupakan salah satu unsur kimia yang memiliki berat atom dan kepadatan cukup tinggi. (Fitri & Rahmatika, 2020; Putra & Fitri, 2021; Putra, A. 2022) Fitri, W. E., Rahmatika, C., & Putra, A. (2021). Bioremediasi Logam Berat Pb (II) Dan Cu (II) Pada Air Lindi Menggunakan *Chlorella Vulgaris*. Dalton: Jurnal Pendidikan Kimia Dan Ilmu Kimia, 4(I), 58–69. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.31602/dl.v4i1.4877>.

Menurut Rosita et al. (2018), logam timbal memiliki mekanisme memasuki tubuh melalui saluran pernapasan, kemudian diabsorpsi yang dipengaruhi dengan tiga proses yakni deposisi, pembersihan mukosiliar, dan pembersihan alveolar. Pada absorpsi logam timbal dalam saluran pernapasan  $\pm 40\%$  dan pada saluran pencernaan  $\pm 5-10\%$ . Kemudian didistribusi dan penyimpanan yang dimana diproses dengan darah ke organ tubuh sebanyak 95%, hal tersebut dapat terjadi karena logam timbal diikat dengan eritrosit dan dibagi menjadi dua pada jaringan lunak (sistem saraf, ginjal, hati) dan jaringan keras (kuku, tulang, gigi) dan setelah proses tersebut terjadi proses ekskresi dengan beberapa cara yang umum terjadi yakni melalui ginjal dan saluran cerna [14]

Dalam analisis timbal dapat dilakukan preparasi sampel dengan menggunakan metode destruksi. Destruksi adalah proses yang digunakan untuk merusak atau mengubah sampel menjadi bentuk yang dapat dianalisis. Destruksi menghancurkan oksidatif yang berasal dari bahan organik agar sampel berubah menjadi suatu unsur yang didalamnya dapat dianalisis [15]

Metode destruksi terbagi menjadi dua yakni, destruksi basah dan destruksi kering. Destruksi basah merupakan destruksi yang dimana sampel dilarutkan dalam pelarut asam sementara destruksi kering dilakukan dengan cara pemanasan dengan menggunakan suhu tinggi hingga dihasilkan abu kering kemudian dilarutkan dengan pelarut asam [11]. Pada dua metode ini memiliki perbedaan waktu dan suhu yang cukup signifikan untuk membedakan hasil yang diperoleh [16]

Selain dua metode tersebut terdapat beberapa metode yang digunakan salah satunya microwave digestion. Metode microwave digestion adalah teknik preparasi sampel dengan menggunakan energi gelombang mikro dalam sistem tertutup bertekanan untuk mempercepat pelarutan logam ke dalam larutan asam. Prinsipnya, molekul pelarut (seperti  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ ) bergetar cepat akibat radiasi gelombang mikro sehingga suhu larutan meningkat secara merata. Kondisi ini membuat matriks organik hancur lebih cepat dan ion logam (termasuk Pb) dilepaskan secara efisien [18].

Beberapa penelitian menunjukkan bahwa metode microwave digestion memiliki efisiensi dan keandalan yang lebih tinggi dibandingkan dengan destruksi kering. Sebagai contoh, studi yang dilakukan oleh Yang et al. (2013) melaporkan bahwa penggunaan microwave digestion mampu menghasilkan analisis yang lebih cepat, presisi, dan sensitif pada sampel periostracum (lapisan luar serangga) dibandingkan dengan metode ashing, baik kering maupun basah [19]. Meskipun demikian, metode dry ashing tetap memiliki keunggulan tersendiri, terutama dalam konteks laboratorium dengan fasilitas terbatas. Dry ashing membutuhkan jumlah reagen yang lebih sedikit, menurunkan potensi kontaminasi, serta menghasilkan matriks abu yang bersih sehingga mempermudah analisis lanjutan. Akinyele dan Shokunbi (2015) bahkan melaporkan bahwa dry ashing mampu memberikan kadar Pb yang lebih tinggi dan akurat dibandingkan wet digestion pada analisis logam berat dalam makanan. Hal ini sejalan dengan temuan Preer et al. (1982) yang menegaskan bahwa penerapan dry ashing yang dipadukan dengan penggunaan asam ultrapure dapat meningkatkan recovery timbal, sekaligus meminimalkan risiko hilangnya unsur volatil. Oleh karena itu, meskipun microwave digestion unggul dari segi kecepatan dan presisi, dry ashing tetap menjadi metode yang relevan dan kompetitif di Indonesia, terutama untuk laboratorium dengan keterbatasan biaya dan fasilitas [20].

Nilai recovery merupakan hal penting untuk menyimpulkan efisiensi dan keakuratan metode analisis yang digunakan, presentase recovery ideal adalah 80-120% jika terjadi penurunan dalam presentase tersebut disebabkan hilangnya analit dalam berlangsungnya proses preparasi, sementara kenaikan yang terjadi dalam

presentase disebabkan terdapat penambahan analit yang diperoleh dari pelarut dalam proses berlangsung [17]

Pada penelitian [8] dengan judul "Analisis Kadar Logam Besi dalam Susu Bubuk Formula Kehamilan Secara Spektrofotometri Serapan Atom" didapatkan hasil nilai *recovery* 100,91% dengan melakukan pengujian akurasi yang dimana sejumlah standar Fe dimasukkan kedalam sampel, larutan standar Fe yang digunakan yakni 500 mg/L kemudian dilakukan destruksi kering dan dilakukan pengulangan 3 kali. Metode destruksi kering pada preparasi sampel dengan proses pemanasan kemudian ditambahkan 1 mL  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  10% kemudian dilakukan pengabuan pada suhu 420°C dalam tanur. Pada proses pemanasan menyebabkan komponen organik yang terdapat pada sampel yakni, protein, lemak, dan karbohidrat yang terurai dan berubah menjadi gas  $CO_2$ , CO, NO,  $N_2O$ , dan  $H_2O$ . Sementara mineral yang terkandung dalam susu berubah menjadi besi oksida yakni  $Fe_2O_3$ . Abu putih yang dihasilkan dari proses pengabuan yang telah dilakukan kemudian dilarutkan dengan menggunakan 3 mL HCL kemudian dipanaskan kembali hingga kering kemudian menambahkan 5 mL larutan  $HNO_3$  0,1 M yang memiliki fungsi sebagai pelarutan abu [8].

Selain itu, pada metode destruksi basah pada proses preparasi sampel dalam menggunakan metode destruksi basah dan kering selain nilai *recovery* 98,43% dengan melakukan pengujian akurasi yang dimana sejumlah standar Fe dimasukkan kedalam sampel, larutan standar Fe yang digunakan yakni 500 mg/L kemudian dilakukan destruksi kering dan dilakukan pengulangan 3 kali. Metode destruksi basah dilakukan dengan menambahkan 15mL  $HNO_3$  pekat pada sampel lalu diamkan 15 menit setelah proses pemanasan dengan penangas listrik selama 15 menit atau sampai volume  $HNO_3$  mencapai 1,5-3 mL atau sampel mulai mengering namun belum membentuk arang, lalu ditambahkan HCl 12,5mL dan panaskan kembali selama 15 menit sampai letupan  $Cl_2$  berhenti. Tingkatkan pemanasan samapi sisa volume berkisar 3-5 mL, setelah mendidih sampel dilarutkan menggunakan aquademin 10mL pindahkan dalam labu ukur 25mL larutkan sampai batas. Proses destruksi basah ini dilakukan dengan terjadinya reaksi sampel dengan asam oksidator dan asam kuat dalam proses pemanasan. Pada hasil yang telah didapatkan disimpulkan metode destruksi kering lebih baik digunakan dibandingkan metode basah hal tersebut disebabkan metode kering memberikan nilai standar deviasi yang lebih baik [8].

Dalam analisis timbal menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA), terdapat beberapa parameter uji yang digunakan untuk menentukan efektivitas metode preparasi sampel, yaitu uji linieritas, uji limit deteksi (LoD), dan uji presisi. Uji Linieritas dilakukan untuk menentukan hubungan antara konsentrasi larutan sampel dengan absorbansinya. Dalam uji ini, sampel Fe diukur tanpa penambahan standar Fe, untuk melihat konsistensi pengukuran. Hasil uji linieritas ini sangat penting untuk memastikan bahwa metode analisis mampu menghasilkan respon yang proporsional terhadap perubahan konsentrasi zat. Uji Limit Deteksi (LoD) bertujuan untuk menentukan kadar terendah dari suatu zat yang masih bisa dideteksi oleh alat. Nilai LoD ini dihitung berdasarkan hasil uji linieritas, dengan menggunakan rumus  $LoD = 3 \times (\text{Simpangan Baku/slope})$ . Semakin kecil nilai LoD, semakin sensitif metode tersebut dalam mendeteksi keberadaan timbal pada sampel. Sensitivitas ini sangat penting untuk memastikan bahwa analisis dapat mendeteksi timbal pada kadar yang sangat rendah. Uji Presisi digunakan untuk mengukur konsistensi hasil pengukuran dengan menghitung koefisien variasi (%RSD). Dalam hal ini, presisi yang baik ditandai dengan nilai %RSD  $\leq 1\%$  (sangat teliti), 1%-2% (teliti), 2%-5% (ketelitian sedang), dan RSD  $>5\%$  (tidak teliti). Uji presisi memastikan bahwa metode yang digunakan mampu menghasilkan hasil yang konsisten dari pengukuran berulang.

Berdasarkan berbagai uji ini, metode destruksi kering dalam preparasi sampel terbukti lebih unggul dibandingkan metode destruksi basah. Uji linieritas, LoD, akurasi, dan presisi menunjukkan bahwa metode destruksi kering menghasilkan performa yang lebih baik dalam analisis timbal. Hal ini membuat metode tersebut lebih efektif untuk digunakan dalam analisis timbal dengan SSA, karena mampu menghasilkan hasil yang lebih teliti dan konsisten sehingga dengan menggunakan destruksi kering dapat menghasilkan hasil yang efektif untuk dilakukan pengujian dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom.

## Kesimpulan

Evaluasi efektivitas metode preparasi sampel yang dilakukan untuk analisis logam timbal (Pb) menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan metode destruksi kering dinyatakan lebih efektif karena memiliki nilai *recovery* 100,91% yang masih masuk kedalam rentang dimana 80-120%, destruksi kering dinyatakan lebih efektif dibandingkan destruksi basah karena uji linieritas, LoD, akurasi, dan presisi menunjukkan bahwa metode destruksi kering menghasilkan performa yang lebih baik dalam analisis timbal

sehingga analisis logam timbal dapat dilanjutkan dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dengan baik [8].

## Referensi

- [1] Dicky M, Putra N, Widada S, Atmodjo W. Studi Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) Pada Sedimen Dasar Perairan Banjir Kanal Timur Semarang. vol. 04. n.d.
- [2] Widyawati ME, Kuntjoro S, Biologi J, Matematika F, Pengetahuan I, Universitas A, et al. Analisis Kadar Logam Berat Timbal (Pb) pada Tumbuhan Air di Sungai Buntung Kabupaten Sidoarjo Analysis of Lead (Pb) Heavy Metal Levels in Water Plants in Buntung River Sidoarjo Regency 2021;10:77–85.
- [3] Muhariawan Restuaji I, Rizqiyum Mariyatul Qibthiyyah S. Penentuan Konsentrasi Timbal Dalam Darah Dengan Metode SSA Pada Mahasiswa Perokok Elektrik di IIK Bhakta Kediri Determination of Lead Content in Blood of e-Cigarette Students by AAS Method at IIK Bhakta Kediri. vol. 4. 2023.
- [4] Ilham Ubaydillah M. Seminar Nasional Hasil Riset dan Pengabdian Ke-III (SNHRP-III 2021) Perbandingan Metode Destruksi Kering Dan Destruksi Basah Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) Untuk Analisis Logam. n.d.
- [5] Taufiq M, Sabarudin A, Mulyasuryani A. Alchemy Journal of Chemistry Pengembangan dan Validasi Metode Destruksi Gelombang Mikro untuk Penentuan Logam Berat Kadmium dan Timbal dalam Cokelat dengan Spektroskopi Serapan Atom (SSA). vol. 5. 2016.
- [6] Fatmawati F, Studi Farmasi P, Tinggi Farmasi Bandung S. Analisis Pb Pada Sediaan Eyeshadow Dari Pasar Kiaracondong Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. vol. 17. 2017.
- [7] Yuliantini A, Pamudjo I, Firly Berlianti M, Farmakokimia K, Farmasi S, Tinggi S, et al. Pengembangan Metode Analisis Cemar Logam Timbal (Pb) Pada Asam Askorbat Dengan Teknik SSA. vol. 18. 2018.
- [8] Sudiarta W, Ratnayani O, Kadek Veliyana A. Jurnal Media Sains 3 (1): 1-6 Analisis Kadar Logam Besi dalam Susu Bubuk Formula Kehamilan Secara Spektrofotometri Serapan Atom Analysis of Iron Metals in the Formula of Pregnancy Milk Powder by Atomic Absorption Spectrophotometry. J Media Sains-Maret 2019.
- [9] Hidayati EN, Alauhdin M, Prasetya AT. Jurusan Kimia FMIPA Universitas Negeri Semarang Gedung D6 Kampus Sekaran Gunungpati Telp. (024)8508112 Semarang 50229 Sejarah Artikel: Diterima Maret. J Chem Sci 2014;3.
- [10] Handayani C, Zuhidayati R. 54 Validasi Metode Analisa Kadar Timbal (Pb) dalam Rambut Karyawan SPBU di Indarung. vol. 2. 2017.
- [11] Sri Asmorowati D, Susilogati Sumarti S, Ida Iryani Kristanti Jurusan Kimia dan, Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam F. Indonesian Journal of Chemical Science 2020.
- [12] PRESIDEN REPUBLIK INDONESIA. n.d.
- [13] Dewi L, Hadisoebroto G, Anwar K. Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) dan Tembaga (cu) pada Sumber Air Di Kawasan Gunung Salak Kabupaten Sukabumi Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Jurnal Sabdariffarma Tahun 2021;9:15–24.
- [14] Rosita B, Program L, Analisis S, Stikes K, Padang P. Hubungan Toksisitas Timbal (Pb) Dalam Darah Dengan Hemoglobin Pekerja Pengecatan Motor Pekanbaru. vol. 1. 2018.
- [15] Faisa TR, et all. Operator Spbu Secara AAS. Jurnal Analisis Kesehatan Sains 2021.
- [16] Tuah Talu VA, Kurniawan H, Nugraha F. Identifikasi Timbal dan Verifikasi Destruksi dengan Metode Spiking Pada Sampel Kangkung Darat Di Kota Pontianak. Indonesian Journal of Pharmaceutical Education 2023;3. <https://doi.org/10.37311/ijpe.v3i1.18891>.
- [17] Mustika D. Penentuan Recovery Dan Limit Deteksi Unsur Kadmium, Kobalt, Tembaga, Mangan, Nikel, Molibdenum Dan Timbal Pada Uranium Oksida Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom 2016.