

PERBANDINGAN METODE DESTRUKSI KERING DAN DESTRUKSI BASAH INSTRUMEN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA) UNTUK ANALISIS LOGAM

Faqihuddin¹, Muhammad Ilham Ubaydillah²

¹Program Studi S1 Farmasi, Fakultas Sains dan Kesehatan Universitas PGRI Adi Buana Surabaya

*Email: kiki.faqih014@gmail.com

Abstrak

Preparasi sampel dalam metode analisis merupakan salah satu tahap penting dalam menentukan hasil analisis yang baik. Dalam suatu analisis sampel diperlukan suatu metode analisis yang dapat memberikan informasi untuk pengambilan suatu keputusan dan penetapan kebijakan. Jika prosedur analisis baik, maka hasil analisis akan akurat. Proses destruksi sampel baik bahan organik maupun anorganik dilakukan untuk melarutkan senyawa sampel yang diinginkan. Proses destruksi meliputi proses basah dan kering, yang masing-masing mempunyai kelebihan dan kekurangan. Dalam destruksi basah, bahan organik diuraikan dalam larutan asam pengoksidasi pekat dan panas seperti HCL, H₂SO₄, HNO₃, dan HClO₄. Penambahan larutan pengoksidasi dilakukan untuk mempercepat proses destruksi. Dalam destruksi kering, dilakukan dengan cara pengabuan sampel dalam *muffle furnace* pada suhu pemanasan tertentu tergantung bahan. Destruksi kering lebih aman, sederhana, pada umumnya tidak memerlukan pereaksi, prosedurnya paling umum digunakan untuk menentukan total mineral. Kekurangan dalam destruksi kering yaitu memerlukan waktu yang cukup lama, penggunaan *muffle furnace* memakan banyak biaya karena harus dinyalakan terus menerus. Pada destruksi basah, suhu yang digunakan relatif lebih rendah dibandingkan dengan destruksi kering sehingga hilangnya unsur-unsur sangat kecil. Di samping itu peralatannya lebih sederhana, proses oksidasi lebih cepat, dan waktu yang dibutuhkan relatif lebih cepat dari destruksi kering. Namun demikian, penerapannya di lapangan jika tidak hati-hati penuh dengan risiko karena menggunakan asam pengoksidasi yang pekat dan panas.

Kata kunci: spektrofotometri serapan atom (SSA); destruksi; logam

PENDAHULUAN

Perkembangan zaman yang cepat dan kemajuan teknologi yang tinggi semakin banyak masalah yang terjadi terhadap lingkungan (Manurung et al., 2016); (Sari et al., 2020). Salah satu masalah yang dipengaruhi oleh kemajuan tersebut adalah masalah pencemaran, baik pencemaran air, tanah maupun udara. Menurut Badan POM RI (2018), yang dimaksud dengan cemaran kimia adalah cemaran dalam makanan yang berasal dari unsur atau senyawa kimia yang dapat merugikan dan membahayakan kesehatan manusia. Cemaran kimia dapat meliputi cemaran logam berat, cemaran mikotoksin, cemaran dioksin, cemaran 3-monokloropropan -1,2-diol (3-MCPD) dan cemaran polisiklik aromatik hidrokarbon (polycyclicaromatic hydrocarbon/PAH) (Agustina, 2014).

Berbagai industri makanan dan kosmetik mempersyaratkan kadar minimal kandungan logam. Makanan yang aman merupakan faktor yang penting untuk meningkatkan derajat kesehatan masyarakat. Menurut PP No 86 tahun 2019, keamanan pangan adalah kondisi dan upaya yang

diperlukan untuk mencegah Pangan dari kemungkinan cemaran biologis, kimia, dan benda lain yang dapat mengganggu, merugikan, dan membahayakan kesehatan manusia serta tidak bertentangan dengan agama, keyakinan, dan budaya masyarakat sehingga aman untuk dikonsumsi. (PP Nomor 86 Tahun 2019 plus Lampiran.Pdf, n.d.) Menurut BPOM RI Tahun 2011 Tentang Persyaratan Cemaran Mikroba dan Logam Berat dalam Kosmetika, menyatakan bahwa batas cemaran timbal dalam kosmetika adalah ≤ 20 mg/kg atau 20 mg/L (20 ppm) (Hidayah et al., 2014).

Kandungan logam berat tersebut dapat ditentukan dengan metode AAS. Metode AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometry*) merupakan salah satu metode analisis yang dapat digunakan untuk mengetahui keberadaan dan kadar logam berat dalam berbagai bahan, namun terlebih dahulu dilakukan tahap pendestruksi cuplikan. Pada metode destruksi basah dekomposisi sampel dilakukan dengan cara menambahkan pereaksi asam tertentu ke dalam suatu bahan yang dianalisis. Asam-asam yang digunakan adalah asam-asam pengoksidasi seperti H_2SO_4 , HNO_3 , H_2O_2 , $HClO_4$, atau campurannya. Pemilihan jenis asam untuk mendestruksi suatu bahan akan mempengaruhi hasil analisis (Habibi, 2020).

Kandungan matriks atau senyawa-senyawa lain dapat mengganggu proses analisis logam berat dengan spektroskopi serapan atom. Hal ini dapat menyebabkan akurasi hasil analisis menjadi rendah (Ibrahim et al., 2020) Oleh karena itu sebelum analisis dilakukan destruksi untuk menghilangkan/memisahkan kandungan senyawa lain, dengan perlakuan awal diharapkan kesalahan pada saat analisis dapat seminimal mungkin. Metode perlakuan awal yang digunakan adalah metode destruksi yaitu dengan memutuskan ikatan unsur logam dengan komponen lain dalam matriks sehingga unsur tersebut berada dalam keadaan bebas kemudian dianalisis menggunakan AAS karena pengerjaannya cepat, sensitif, spesifik untuk unsur yang ditentukan, dan dapat digunakan untuk penentuan kadar unsur yang konsentrasinya sangat kecil tanpa harus dipisahkan terlebih dahulu (Murwatiningsih et al., 2015)

Oleh karena itu diperlukan pembahasan mengenai berbagai proses destruksi sampel dan efeknya terhadap hasil analisis. Tujuan dari penulisan ini adalah untuk mengetahui berbagai proses destruksi sampel dan efeknya terhadap hasil analisis, sehingga dapat diketahui kondisi destruksi yang sesuai untuk suatu bahan tertentu.

METODE

Destruksi merupakan suatu perlakuan untuk melarutkan atau mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan berupa unsur-unsur didalamnya dapat dianalisis. Pada dasarnya ada dua jenis destruksi yang dikenal yaitu destruksi basah dan destruksi kering, yang masing-masing mempunyai keunggulan dan kelemahan (Tunáková et al., 2017)

Destruksi basah adalah perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator. Pelarut-pelarut yang dapat

digunakan untuk destruksi basah antara lain asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), asam perklorat (HClO_4), dan asam klorida (HCl) (Habibi, 2020) ; (Rahayu, 2020). Kesempurnaan destruksi ditandai dengan diperolehnya ralutan jernih pada larutan destruksi, yang menunjukkan bahwa semua konstituen yang ada telah larut sempurna atau perombakan senyawa-senyawa organik telah berjalan dengan baik. Senyawa-senyawa garam yang terbentuk setelah destruksi merupakan senyawa garam yang stabil dan disimpan beberapa hari. Pada umumnya pelaksanaan kerja destruksi basah dilakukan secara metode Kjeldhal. Dalam usaha pengembangan metode telah dilakukan modifikasi dari peralatan yang digunakan (Nielsen, 2017).

Destruksi kering merupakan perombakan organik logam di dalam sampel menjadi logam-logam anorganik dengan jalan pengabuan sampel dalam *muffle furnace* dan memerlukan suhu pemanasan tertentu, dengan mekanisme penguapan pelarut (Abata et al., 2019); (Rahayu et al., 2019). Pada umumnya dalam destruksi kering ini dibutuhkan suhu pemanasan antara 400-800°C, tetapi suhu ini sangat tergantung pada jenis sampel yang akan dianalisis. Untuk menentukan suhu pengabuan dengan system ini terlebih dahulu ditinjau jenis logam yang akan dianalisis. Bila oksida-oksida logam yang terbentuk bersifat kurang stabil, maka perlakuan ini tidak memberikan hasil yang baik. Untuk logam Fe, Cu, dan Zn oksidanya yang terbentuk adalah Fe_2O_3 , FeO, CuO, dan ZnO. Semua oksida logam ini cukup stabil pada suhu pengabuan yang digunakan. Oksida-oksida ini kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam encer baik tunggal maupun campuran, setelah itu dianalisis menurut metode yang digunakan (Abata et al., 2019)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sampel yang telah didestruksi, baik destruksi kering maupun basah dianalisis kadungan logamnya. Metode yang digunakan untuk menentukan logam-logam tersebut yaitu metode AAS. Metode ini digunakan secara luas untuk penentuan kadar unsur logam dalam jumlah kecil atau *trace level* (Yeung et al., 2017). Faktor-faktor yang harus diperhatikan dalam hal menggunakan metode destruksi terhadap sampel antara lain: sifat matriks dan konstituen yang terkandung di dalamnya, jenis logam yang akan dianalisis dan metode yang akan digunakan untuk penentuan kadarnya (Lv et al., 2021)

Metode destruksi basah lebih baik daripada cara kering karena tidak banyak bahan yang hilang dengan suhu pengabuan yang sangat tinggi (Anggraeni, 2018) Destruksi dengan cara basah biasanya dilakukan untuk memperbaiki cara kering yang biasanya memerlukan waktu yang lama Sifat dan karakteristik asam pendestruksi yang sering digunakan antara lain:

- 1) Asam sulfat pekat sering ditambahkan ke dalam sampel untuk mempercepat terjadinya oksidasi. Asam sulfat pekat merupakan bahan pengoksidasi yang kuat. Meskipun demikian waktu yang diperlukan untuk mendestruksi masih cukup lama (Rahayu, 2020)
- 2) Campuran asam sulfat pekat dengan kalium sulfat pekat dapat dipergunakan untuk mempercepat dekomposisi sampel. Kalium sulfat pekat akan menaikkan titik didih (Dewi, 2012)

- 3) 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 350°C, dengan demikian komponen yang dapat menguap atau terdekomposisi pada suhu tinggi dapat dipertahankan dalam abu yang berarti penentuan kadar abu lebih baik (Yani, 2011)
- 4) Asam perklorat pekat dapat digunakan untuk bahan yang sulit mengalami oksidasi, karena perklorat pekat merupakan oksidator yang sangat kuat. Kelemahan dari perklorat pekat adalah sifat mudah meledak (*explosive*) sehingga cukup berbahaya, dalam penggunaan harus sangat hati-hati.
- 5) Aqua regia yaitu campuran asam klorida pekat dan asam nitrat pekat dengan perbandingan volume 3:1 mampu melarutkan logam-logam mulia seperti emas dan platina yang tidak larut dalam HCl pekat dan HNO₃ pekat. Reaksi yang terjadi jika 3 volume HCl pekat dicampur dengan 1 volume HNO₃ pekat:



Gas klor (Cl₂) dan gas nitrosil klorida (NOCl) inilah yang mengubah logam menjadi senyawa logam klorida dan selanjutnya diubah menjadi kompleks anion yang stabil yang selanjutnya bereaksi lebih lanjut dengan Cl⁻ (Manurung et al., 2016)

KESIMPULAN

Proses preparasi sampel dalam metode analisis merupakan salah satu tahap penting dalam menentukan hasil analisis yang baik. Proses destruksi sampel baik bahan organik maupun anorganik dilakukan untuk melarutkan senyawa sampel yang diinginkan. Proses destruksi meliputi proses basah dan kering, yang masing-masing mempunyai kelebihan dan kekurangan. Dalam destruksi basah, bahan organik diuraikan dalam larutan asam pengoksidasi pekat dan panas memiliki akurasi, presisi, dan *recovery* yang lebih baik dibandingkan destruksi kering.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Prodi S1 Farmasi Fakultas Sains Kesehatan Universitas PGRI Adi Buana Surabaya dan LPPM (Lembaga Penelitian dan Pengabdian pada Masyarakat) Universitas PGRI Adi Buana Surabaya

DAFTAR PUSTAKA

- Abata, E. O., Ogunkalu, O. D., Adeoba, A. A., & Oluwasina, O. O. (2019). Evaluation of the Heavy Metals in Tonic Creams using the Wet Acid and Dry Ashing Methods. *Earthline Journal of Chemical Sciences*, *1*(1), 37–43. <https://doi.org/10.34198/ejcs.1119.3743>
- Agustina, T. (2014). KONTAMINASI LOGAM BERAT PADA MAKANAN DAN DAMPAKNYA PADA KESEHATAN. *TEKNOBUGA: Jurnal Teknologi Busana dan Boga*, *1*(1), Article 1. <https://doi.org/10.15294/teknobuga.v1i1.6405>
- Anggraeni, V. J. (2018). ANALISIS CEMARAN LOGAM BERAT MERKURI DALAM KRIM PEMUTIH WAJAH YANGBEREDAR DIPASAR TRADISIONAL DENGAN METODE SPEKTROFOTOMETRI SERAPANATOM. *Journal of Pharmacopolium*, *1*(1), Article 1. <https://doi.org/10.36465/jop.v1i1.395>
- Dewi, D. C. (2012). DETERMINASI KADAR LOGAM TIMBAL (Pb) DALAM MAKANAN KALENG MENGGUNAKAN DESTRUKSI BASAH DAN DESTRUKSI KERING. *ALCHEMY*, *0*(0), Article 0. <https://doi.org/10.18860/al.v0i0.2299>
- Habibi, Y. (2020). Validasi Metoda Destruksi Basah dan Destruksi Kering pada Penentuan Logam Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) Dalam Tanaman Rumput. *Integrated Lab Journal*, *8*(1), 25–31.
- Hidayah, A. M., Purwanto, P., & Soeprbowati, T. R. (2014). Biokonsentrasi Faktor Logam Berat Pb, Cd, Cr dan Cu pada Ikan Nila (*Oreochromis niloticus* Linn.) di Karamba Danau Rawa Pening. *Bioma : Berkala Ilmiah Biologi*, *16*(1), 1–9. <https://doi.org/10.14710/bioma.16.1.1-9>
- Ibrahim, I., Aminu, S., Bilal, U., & Bello, S. M. (2020). DETERMINATION OF TRACE ELEMENTS IN SOME BRANDS OF GREEN TEA USING WET DIGESTION, INFUSION AND DRY ASHING METHODS. *FUDMA JOURNAL OF SCIENCES*, *4*(4), 476–481. <https://doi.org/10.33003/fjs-2020-0404-469>
- Lv, W.-X., Yin, H.-M., Liu, M.-S., Huang, F., & Yu, H.-M. (2021). Effect of the Dry Ashing Method on Cadmium Isotope Measurements in Soil and Plant Samples. *Geostandards and Geoanalytical Research*, *45*(1), 245–256. <https://doi.org/10.1111/ggr.12357>
- Manurung, M., Suaniti, N. M., & Capayanti, W. A. (2016). ANALISIS LOGAM SENGG (Zn), BESI (Fe) DAN TEMBAGA (Cu) PADA SUSU FORMULA DENGAN METODE DESTRUKSI

- KERING DAN BASAH SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM. *Jurnal Kimia (Journal of Chemistry)*. <https://doi.org/10.24843/JCHEM.2016.v10.i02.p01>
- Murwatiningsih, E., Sunarto, W., & Susatyo, E. B. (2015). PERBANDINGAN DESTRUKSI KERING DAN BASAH UNTUK ANALISIS Pb PADA SEDIMEN SUNGAI KALIGELIS. *Indonesian Journal of Chemical Science*, 4(1), Article 1. <https://journal.unnes.ac.id/sju/index.php/ijcs/article/view/4768>
- Nielsen, S. S. (2017). Sodium and Potassium Determinations by Atomic Absorption Spectroscopy and Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy. In S. S. Nielsen (Ed.), *Food Analysis Laboratory Manual* (pp. 171–177). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-44127-6_20
- PP Nomor 86 Tahun 2019 plus lampiran.pdf. (n.d.). Retrieved March 16, 2021, from <http://bkp.pertanian.go.id/storage/app/media/Bahan%202020/PP%20Nomor%2086%20Tahun%202019%20plus%20lampiran.pdf>
- Rahayu, A. (2020). Metode Validasi Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS) Metode Destruksi Kering dan Destruksi Basah untuk Analisis Mineral Minuman Air Isotonik. *FARMASIS: Jurnal Sains Farmasi*, 1(1), 6–13.
- Rahayu, A., Sari, D. P., & Ebtavanny, T. G. (2019). Design, Optimization and Characterization of Cefixime Microspheres. *International Journal of Pharma Research and Health Sciences*, 7(5), 3051–3055. <https://doi.org/10.21276/ijprhs.2019.05.02>
- Sari, D. P., Rahayu, A., & Suryagama, D. (2020). Relationship between Behavior of Traditional Medicines Usage and Health-Related Quality of Life in Surabaya Community in 2019. *Health Notions*, 4(2), 37–42. <https://doi.org/10.33846/hn40202>
- Tunáková, V., Techniková, L., & Militký, J. (2017). Influence of washing/drying cycles on fundamental properties of metal fiber-containing fabrics designed for electromagnetic shielding purposes. *Textile Research Journal*, 87(2), 175–192. <https://doi.org/10.1177/0040517515627168>
- Yani, E. E. U. K. (2011). Pengaruh variasi jenis asam pada destruksi basah dan variasi suhu pada destruksi kering dalam penentuan kadar besi daun bayam (*Amaranthus Tricolor L*) dengan

metode Spektrofotometri UV-Vis / Edi Eduardus Umbu Katanga [Diploma, Universitas Negeri Malang]. <http://repository.um.ac.id/23597/>

Yeung, V., Miller, D. D., & Rutzke, M. A. (2017). Atomic Absorption Spectroscopy, Atomic Emission Spectroscopy, and Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry. In S. S. Nielsen (Ed.), *Food Analysis* (pp. 129–150). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-45776-5_9