

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### **A. Deskripsi Metode Penelitian.**

Metode yang digunakan pada penelitian ini secara non eksperimental menggunakan kajian artikel dari beberapa jurnal, yang merupakan jurnal nasional maupun internasional yang memuat kajian mengenai Validasi Kadar Cemar Timbal (Pb) Pada Rambut Pekerja SPBU.

Penelitian ini menggunakan data sekunder, yaitu menggabungkan 5 jurnal yang terdiri dari 4 jurnal nasional dan 1 jurnal internasional sebagai dasar data acuan penelitian, “ Validasi Kadar Cemar Timbal (Pb) Pada Rambut Pekerja SPBU”. Proses dalam melakukan kajian Artikel adalah sebagai berikut :

1. Mencari artikel jurnal terkait dengan penelitian yang akan dilaksanakan.
2. Melakukan perbandingan yang berasal dari jurnal-jurnal sebagai acuan, pada penelitian sebelumnya yang merujuk pada kesimpulan umum dari masing-masing jurnal .
3. Menyimpulkan hasil dari perbandingan jurnal acuan dengan menyesuaikan dengan tujuan penelitian.
4. Kriteria Inklusi dan Eksklusi.

**Tabel 3.1. Kriteria Inklusi dan Eksklusi.**

Kriteria	Inklusi	Eksklusi
<i>Population/problem</i>	Jurnal internasional yang berhubungan dengan Kadar Timbal (Pb) pada Rambut Pekerja SPBU	Kadar Timbal (Pb) dengan media lain selain rambut
<i>Intervention</i>	Analisis Kadar Timbal (Pb) pada Rambut Pekerja SPBU	Tidak ada faktor pembandingan
Comparison	Tidak ada faktor pembandingan	Tidak ada faktor pembandingan
Outcame	Adanya Kadar Timbal (Pb) yang tinggi pada Rambut pekerja SPBU	Tidak ada Kadar Timbal (Pb) pada Rambut Pekerja SPBU
Study Design	<i>Cross Sectional</i> , deskriptif, <i>Quasi experiment</i> , <i>Tru Experimental</i>	Systematic/ Literatur Review
Tahun Terbit	Artikel atau jurnal yang terbit setelah tahun 2010	Artikel atau jurnal yang terbit sebelum tahun 2010
Bahasa	Bahasa Indonesia dan Bahasa Inggris	Selain Bahasa Indonesia dan Bahasa Inggris

**B. Informasi Jumlah dan Jenis Artikel.**

Jumlah jurnal yang digunakan sebanyak 5 jurnal, yang berupa jurnal internasional dan jurnal nasional. Berikut jenis artikel yang digunakan dalam kajian, terdapat pada Tabel.3.1.

Tabel. 3.1. Informasi Jenis Artikel

Penulis	Judul Jurnal	Nama jurnal	Tahun terbit	Status

Jacob Jurnal (1)	Evaluation of Lead and Copper Content in Hair of Workers From Oil Product Distribution Companies in Iraq	Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences	2020	Internasional Terindeks SCIMAGO (Q2) SJR 0.27
Jurnal (2)	Analisis Paparan Timbal (Pb) Pada Petugas Stasiun Pengisian Bahan Bensin Umum (SPBU) Cv. Arba Di Kota Palu	MPKKI (Media Publikasi Promosi Kesehatan Indonesia :The Indonesia Journal Of Health Promotion	2018	Nasional Terindeks SINTA (S4) Sitasi 3
Handayani & Ridha Jurnal (3)	Validasi Metode Analisa Kadar Timbal (Pb) dalam Rambut Karyawan SPBU di Indarung	Chempublish Journal	2017	Nasional Terindeks SINTA (S4) Sitasi 4
Mayaserli <i>et al</i> Jurnal (4)	Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Rambut Karyawan SPBU	Journal of Saintek	2017	Nasional Terindeks SINTA (S4) Sitasi 3
Roza <i>et al</i> Jurnal (5)	Korelasi Konsentrasi Particulate Matter (PM 10) di Udara dan Kandungan Timbal (Pb) dalam rambut Petugas SPBU di Kota Pekanbaru	Dinamika Lingkungan Indonesia	2015	Nasional Terindeks SINTA (S3) Sitasi 3

### C. Isi Artikel

#### 1. Artikel Pertama

##### 1. Artikel Pertama

- a. Judul Artikel : Evaluation of Lead and Copper Content in Hair of Workers From Oil Product Distribution Companies in Iraq.
- b. Nama Jurnal : Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences.
- c. Penerbit : Departement of Pharmacology and Toxicology, College of Pharmacy, University of Basrah, Basrah ,Iraq
- d. Volume & Halaman : 56:1-6
- e. Tahun terbit : 2020

- f. Penulis Artikel : Ausama Ayob Jaccob
- g. Tujuan Penelitian : Mengevaluasi kadar logam berat pada rambut pekerja sebagai bioindikator kemungkinan penyebab utama kerusakan progresif pekerja.
- h. Metode penelitian :
- 1) Desain : Eksperimental
  - 2) Populasi : Pekerja SPBU Basrah-Irak
  - 3) Sampel : Rambut pekerja SPBU
  - 4) Instrument : SSA ,Gunting *stainless steel*, Pisau tipis, *hot plate*
  - 5) Metode analisis :
    - a) Pengambilan ampel  

Sekitar 0,5 g sampel rambut dipotong dengan gunting stainless steel pisau tipis dengan panjang antara 1 sampai 2 cm di area kulit kepala, dikumpulkan dan dicuci dengan sabun cair, dibilas dengan air deionisasi untuk menghilangkan kotoran, kemudian dikeringkan. Selanjutnya sampel ditimbang secara akurat hingga 0,2 g. Sampel rambut disiapkan untuk prosedur destruksi basah. Pb pada sampel rambut harus dilepaskan terlebih dahulu dari matriks protein pengikat menggunakan metode destruksi basah kemudian diukur dengan Spektrofotometer Serapan Atom (Buck Model 211-VGP).
    - b) Preparasi Dektrusi basah .

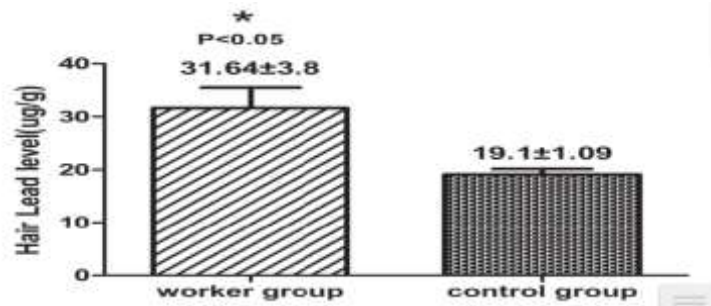
Dalam wadah bersih, 0,2 g rambut dicampur dengan 1,5 mL HNO<sub>3</sub> 0,5 ml HClO<sub>4</sub>. Bejana dipanaskan di atas hot plate pada suhu 100°C selama 20 menit dan kemudian diencerkan dengan air suling hingga volume akhir 5 mL, dan disimpan untuk analisis selanjutnya. Kadar logam berat diperkirakan dengan Spektrofotometer Serapan Atom.

c) Penetapan Kadar

Tiga konsentrasi standar untuk setiap elemen (tergantung pada tingkat sampel dari kedua elemen yang mengesampingkan batas atas dan bawah) disiapkan menggunakan STD 1000 ppm yang dipasok oleh perusahaan Buck, dan daya serapnya diukur dan kurva kalibrasi dijalankan. Batas deteksi diidentifikasi sebagai konsentrasi terendah yang diberikan absorbansi terdeteksi di atas kisaran 0,4 ppm untuk Pb pada panjang gelombang 217nm. Dari kurva standar yang disiapkan, konsentrasi unsur yang tidak diketahui dihitung menggunakan persamaan [Konsentrasi sampel = Baca konsentrasi × faktor pengenceran] secara otomatis oleh perangkat lunak instrumen.

i. Hasil penelitian :

Hasil Konsentrasi Pb pada rambut pekerja di berbagai perusahaan minyak dapat dilihat pada gambar 3.1.

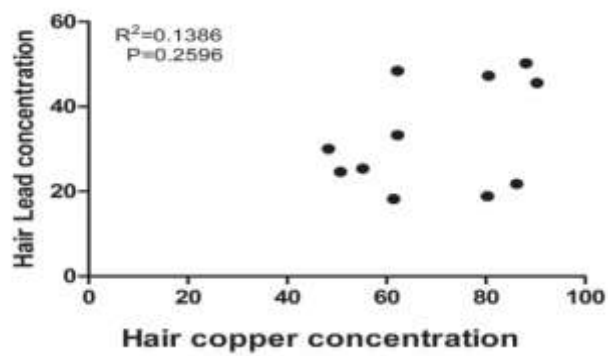


**Gambar. 3.1. Konsentrasi Pb pada rambut pekerja di berbagai perusahaan minyak.**

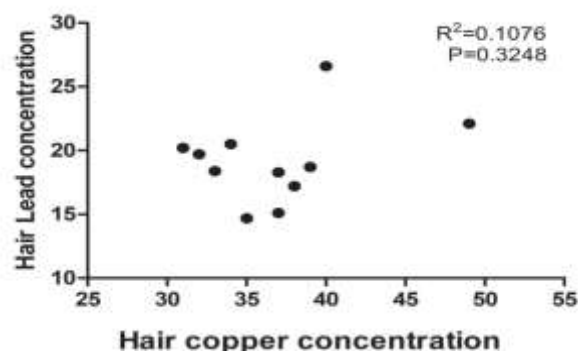
Penentuan konsentrasi logam berat dalam sampel rambut Penyerapan Atom memberikan gambaran tentang potensi paparan dan akumulasi logam berat jangka panjang sebelumnya. Tingkat timbal yang lebih tinggi ( $31,64 \pm 3,8 \mu\text{g/g}$ ) diamati pada rambut pekerja di perusahaan distribusi produk minyak yang berbeda dibandingkan dengan kelompok kontrol ( $19,1 \pm 1,09 \mu\text{g/g}$ ).

1) Analisis korelasi.

Analisis korelasi kadar tembaga dan timbal pada pekerja di berbagai perusahaan distribusi minyak dapat dilihat pada gambar 3.2.



**Gambar 3.2. Analisis korelasi kadar tembaga dan timbal pada pekerja di berbagai perusahaan distribusi minyak**



**Gambar.3.3 Analisis korelasi kadar tembaga dan timbal pada individu kontrol normal.**

Terdapat kadar timbal dan tembaga yang signifikan pada rambut pekerja di perusahaan distribusi produk minyak yang berbeda dibandingkan dengan kelompok kontrol. Ini mencerminkan tingkat paparan logam beracun yang lebih tinggi dan insiden polusi yang lebih tinggi dari pekerja distribusi produk minyak. Pekerja mungkin terkena

logam beracun melalui rute yang berbeda.( Khudzari *et al* ) melaporkan bahwa tingginya kadar logam berat pada rambut pekerja. Tingkat rata-rata Pb dan Cu pada rambut orang-orang yang tinggal di berbagai negara dibandingkan dengan rata-rata di Irak dapat dilihat pada tabel 3.2.

**Tabel. 3.2. Tingkat rata-rata Pb dan Cu pada rambut orang-orang yang tinggal di berbagai negara dibandingkan dengan tingkat rata-rata di Irak.**

Negara	Tingkat logam median ( $\mu\text{g/g}$ )		Referensi
	Pb	Cu	
Cina	3.9	23.9	He <i>et al.</i> , 2016
Jedah	5	16	Sreenivasa <i>et al.</i> , 2002
India	1.03	18.5	Rezza <i>et al.</i> , 2018
Rusia	1.04		Skalny <i>et al</i> 2015
Pakistan	8.18	12.8	Kolachi <i>et al.</i> , 2011 ;kazi <i>et al.</i> ,2014
Irak selatan (pekerja)	31.6	69.6	Present study
Irak selatan (control)	9.1	36.8	Present study

j. Kesimpulan :

- 1) Data kami menunjukkan bahwa Cu dan Pb di rambut bisa digunakan sebagai indikator paparan logam berat dalam survei pekerjaan dan lingkungan untuk berbagai populasi.
- 2) Konsentrasi timbal dan tembaga di rambut adalah meningkat secara signifikan pada pekerja stasiun minyak dibandingkan



dengan individu normal yang tinggal di kota Basrah jauh dari kontaminan berbahaya.

- 3) Para pekerja di SPBU terkena logam berat tingkat tinggi yang mungkin menjadi akibat terjadinya penyakit.

## 2. Artikel Kedua.

- a. Judul Artikel : Analisis Paparan Timbal (Pb) Pada Petugas Stasiun Pengisian Bahan Bensin Umum (SPBU) Cv.Arba Di Kota Palu
- b. Nama Jurnal : MPKKI (Media Publikasi Promosi Kesehatan Indonesia : The Indonesia Journal Of Health Promotion
- c. Penerbit : Departemen Epidemiologi ,Fakultas Kesehatan Masyarakat, Universitas Muhammadiyah Palu
- d. Volume : vol.1 No.3
- e. Tahun terbit : 2018
- f. Penulis Artikel : Zhanas Tasya
- g. Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui paparan timbal (Pb) pada petugas SPBU CV.Arba.
  - a. Metode penelitian
    - 1) Desain : Observasional analitik dengan pendekatan cross sectional study.
    - 2) Populasi : Seluruh operator yang bekerja di SPBU kaya putra arba, SPBU m hasan dan SPBU PT.Ricita putra arba sebanyak 40 orang.
    - 3) Sampel : Rambut pada operator SPBU.

4) Instrument : Spektrofotometer Serapan Atom, *hot plate* dan peralatan gelas.

5) Metode analisis :

a) Pengambilan sampel

Total sampling yaitu sebesar 40 responden. Pengumpulan data dilakukan melalui dua cara yaitu data sekunder dan data primer. Data sekunder diperoleh dari instansi terkait yaitu berupa data profil dari ketiga SPBU tersebut sedangkan data primer diperoleh melalui metode wawancara langsung menggunakan kuesioner serta melakukan pengambilan sampel rambut pada operator yang diwawancarai. Sampel tersebut diuji laboratorium dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom.

b) Analisis data pada penelitian ini dilakukan melalui dua tahap yaitu analisis Univariat dan analisis Bivariat.

h. Hasil penelitian :

1) Hasil analisis Pb yang diuji melalui sampel rambut responden menunjukkan bahwa rata-rata kadar timbal (Pb) pada tubuh responden berkisar 22-23  $\mu\text{g/g}$ , hal ini membuktikan bahwa rata-rata responden memiliki kadar timbal (Pb) yang tidak normal dalam tubuhnya yaitu lebih dari 20  $\mu\text{g/g}$ . Hasil analisis bivariat telah membuktikan bahwa terdapat hubungan yang bermakna antara paparan timbal (Pb) dengan masa kerja dengan nilai  $p=0,001$  ( $p<0,05$ ).

2) Analisis Paparan Timbal (Pb) Berdasarkan Jam Kerja Pada Operator SPBU CV.Arba Di Kota Palu

Hasil analisis Pb yang diuji melalui sampel rambut responden menggunakan analisis spektrofotometer serapan atom menunjukkan bahwa rata-rata kadar timbal (Pb) pada tubuh responden berkisar 22-23  $\mu\text{g/g}$ , hal ini membuktikan bahwa rata-rata responden memiliki kadar timbal (Pb) yang tidak normal dalam tubuhnya yaitu lebih dari 20  $\mu\text{g/g}$ . Analisis Paparan Timbal (Pb) Berdasarkan Jam Kerja Pada Operator SPBU CV.Arba Di Kota Palu dapat dilihat pada tabel 3.3.

**Tabel 3.3 Analisis Paparan Timbal (Pb) Berdasarkan Jam Kerja Pada Operator SPBU CV.Arba Di Kota Palu**

Jam Kerja	Paparan Pb				Total N	%	Value
	Tidak normal		Normal				
	N	%	N	%			
Tidak normal (8 jam/hari)	4	44,4	5	55,6	9	100	0,004
Normal (<8jam / hari)	33	91,7	3	8,3	36	100	
Total (N)	37	82,2	8	45	45	100	

Hasil analisis bivariat hubungan yang bermakna antara paparan timbal (Pb) dengan masa kerja dengan nilai  $p=0,001$  ( $p<0,05$ ).

3). Analisis paparan timbal (Pb) berdasarkan masa kerja pada operator SPBU CV.Arba di kota Palu.

Adanya hubungan yang bermakna antara paparan timbal (Pb) dengan jam kerja dengan nilai  $p=0,004$  ( $p<0,05$  menyerap timbal (Pb) sebesar  $400 \mu\text{g}$  selama 8 jam, ditambah dengan  $20\text{-}30 \mu\text{g/hari}$  yang diperoleh dari minuman, makanan, rokok, dan udara. Analisis paparan timbal (Pb) berdasarkan masa kerja pada operator SPBU CV.Arba di kota Palu dapat dilihat pada tabel 3.4.

**Tabel.3.4 Analisis paparan timbal (Pb) berdasarkan masa kerja pada operator SPBU CV.Arba di kota palu**

Jam Kerja	Paparan Pb				Total N	%	Value
	Tidak normal		Normal				
	N	%	N	%			
Lama (>2th)	32	97	1	3,0	33	100	0,00
Baru ( $\leq 2$ th)	5	82,2	8	17,8	12	100	
Total (N)	37				45	100	

i. Kesimpulan :

Penelitian ini menyimpulkan bahwa timbal (Pb) dapat terakumulasi didalam tubuh dalam kurun waktu yang lama, akumulasi timbal (Pb) didalam tubuh khususnya kepada para petugas SPBU dapat dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya ialah masa kerja yang lama, jam kerja yang lebih dari jam kerja normal, dan kebiasaan merokok. Selain melalui spesimen darah dan urin, akumulasi timbal (Pb) didalam tubuh seseorang juga dapat dideteksi melalui spesimen yang lain seperti rambut karna rambut dapat menyimpan akumulasi zat kimia didalam tubuh dalam kurun waktu yang lama.

### 3. Artikel Ketiga

- a. Judul Artikel : Validasi Metode Analisa Kadar Timbal (Pb) dalam Rambut Karyawan SPBU di Indarung
- b. Nama Jurnal : Chempublish Journal
- c. Penerbit : Fakultas Teknik Kimia, Sekolah Tinggi Teknologi Nasional Jambi
- d. Volume : Halaman : Volume 2 No.1
- e. Tahun terbit : 2017
- f. Penulis Artikel : Corry Handayani dan Ridha Zulhidayati
- g. Tujuan Penelitian :
  - 1) Mengetahui perbedaan kadar timbal (Pb) dalam rambut pekerja SPBU di Indarung berdasarkan lokasi ramai dan lama masa kerja
  - 2) Mengetahui hubungan antara lokasi dan lama masa kerja terhadap kadar timbal (Pb) dalam rambut pekerja SPBU di Indarung
  - 3) Untuk mengetahui validitas metode analisis logam timbal (Pb) dalam sampel rambut dengan menggunakan SSA jika menggunakan metode dekrusi basah  $\text{HNO}_3, \text{HClO}_4$
- h. Metode penelitian :
  - 1) Desain : Eksperimental
  - 2) Instrument : Timbangan analitik, *beaker glass* 250 ml, Erlenmeyer 250 ml, labu ukur 50 ml, pipet takar 5 ml, pipet takar 10 ml, pipet gondok 10 ml, gunting, bola karet, batang pengaduk, pipet tetes, *hot plate*, dan SSA ( Spektrofotometer Serapan Atom).

- 3) Populasi : Karyawan SPBU di Indarung.
- 4) Sampel : Rambut Karyawan SPBU di Indarung.
- 5) Metode analisis :

- i. Preparasi Sampel

Metode destruksi basah dengan menggunakan asam  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$  (Anonim. 1996) : Memotong segmen rambut sekitar 5 sampai 10 mm panjang dan berat 2 mg. Menimbang sampel rambut dan dicuci dengan air deionisasi pada shaker mekanis kemudian direbus selama 15 menit dan didestruksi dengan campuran 1:5  $\text{HClO}_4$ :  $\text{HNO}_3$  hingga membentuk cairan hamper jernih. Mengencerkan sampel dalam labu ukur 10 mL dengan air deionisasi hingga tanda batas.

- ii. Pembuatan larutan standar .

Pembuatan Larutan Induk Pb 1000 ppm. Menimbang dengan teliti  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  kemudian diencerkan dengan  $\text{HNO}_3$  1 M dalam labu ukur 1 L hingga tanda batas. Selanjutnya dilakukan pengenceran bertingkat sehingga didapatkan larutan standar dengan konsentrasi 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1 ppm.

- iii. Penentuan Konsentrasi Logam Pb pada Rambut Karyawan SPBU di Indarung dengan SSA .

Analisa ini menggunakan SSA dengan lampu katoda Pb dan panjang gelombang 283,3 nm. Selanjutnya set Zero alat dengan menggunakan larutan blanko. Ukur absorban larutan standar Pb

dari konsentrasi rendah ke konsentrasi tinggi. Sampel yang sudah didestruksi hingga didapatkan larutan jernih diukur absorbannya, sehingga didapatkan kadar logam Pb pada sampel.

iv. Validasi Metode

i. Uji Akurasi (Ketepatan).

Uji ini dilakukan dengan cara menambahkan larutan baku pembanding (Pb 0,6 ppm) ke dalam sampel yang akan diperiksa sebelum didestruksi dengan 3 kali pengulangan, kemudian dilakukan uji blanko (tanpa penambahan larutan baku standar). Masing-masing sampel kemudian didestruksi dengan metode destruksi basah menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$  dan diukur menggunakan SSA pada panjang gelombang 283,3 nm.

ii. Uji presisi.

Metode uji presisi dilakukan secara reipabilitas atau keterulangan dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat, yaitu dengan mengukur larutan sampel metode destruksi basah menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$  dengan 3 kali ulangan pada hari yang sama, kemudian data hasil absorpsi dihitung simpangan bakunya.

iii. Uji Linearitas.

Uji ini dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar dengan beberapa macam konsentrasi standar Pb yang dimulai dari larutan tanpa Pb. Kemudian dilanjutkan dengan mengukur

standar Pb 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 dan 1 ppm. Setelah itu didapatkan harga "r". Uji Limit Deteksi ( LoD) dan Uji Limit Kuantitasi (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 :

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

i. Hasil penelitian :

Pada penelitian ini dilakukan penentuan kadar logam Pb dengan sampel rambut karyawan SPBU di Indarung metode Destruksi basah menggunakan HNO<sub>3</sub> dan HClO<sub>4</sub> dibaca dengan menggunakan SSA pada panjang gelombang 283.3 nm didapatkan kadar Pb dalam rambut karyawan SPBU. Semakin lama masa kerjanya semakin tinggi kadar Pb dalam rambut karyawan tersebut, karena lebih lama terpapar (Pb) . Dari tabel tersebut melihtakan kadar (Pb) yang paling tinggi terdapat pada karyawan dengan masa kerja paling lama yaitu 0.8131 µg/g masa kerja 9-12 tahun dan yang terendah terdapat pada karyawan dengan masa kerja yaitu 0.0683 µg/g masa kerja 1-4 tahun. Kadar Pb dalam sampel rambut dapat dilihat pada tabel 3.5.



**Tabel.3.5 Kadar Pb Dalam Sampel Rambut**

No	Sampel	Lama Masa Kerja	Rata-rata Kadar Pb ( $\mu\text{g/g}$ )
1	Sampel 1	1-4	0.0683
2	Sampel 2	5-8	0.5827
3	Sampel 3	9-12	0.8131

## 1) Uji Akurasi.

Nilai kisaran persentase *recovery* yang disarutkan, yaitu pada rentang  $100\% \pm 15$  dengan nilai yang lebih mendekati  $100\%$ . 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 dapat dikatakan pada proses destruksi tidak ada (Pb) yang hilang dan dapat dianggap akurat. Nilai Peresentase *Recovery* dapat dilihat pada tabel 3.6.

**Tabel.3.6 Nilai Persentase *Recovery***

Sampel	Berat sampel	Volume sampel	Spike Pb $\mu\text{g}$	Jumlah Pb teoritis $\mu\text{g}$	Jumlah Pb analisis $\mu\text{g}$	recovery
A	2,0166	10 ml	-	-	6.43	-
A + 2 ml Pb 0.6 mg/ml	2.0230	10 ml	1.2	7.63	6.82	89.38%
A + 2 ml Pb 0.6	2.0266	10 ml	1.2	7.63	6.83	87.53%

mg/ml						
A + 2 ml Pb 0.6 mg/ml	2.0564	10 ml	1.2	7.63	8.53	111.80%
Rata-rata						96.24%

## 2). Uji Presisi

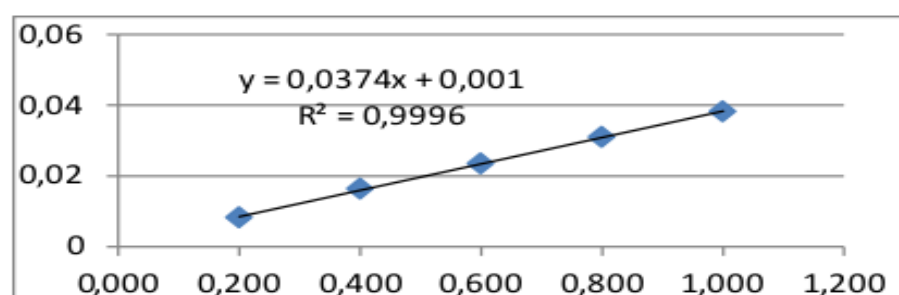
Hasil ini dapat digolongkan dalam kategori teliti dapat disimpulkan bahwa metoda destruksi ini dapat dipercaya atau lebih valid untuk analisis Pb dalam Rambut dengan SSA. Hasil uji presisi dapat dilihat pada table 3.7.

Tabel.3.7 Hasil Uji Presisi.

Destruksi	Konsentrasi $\mu\text{g/g}$			RSD %
	I	II	III	
	0,8423	0,8344	0,8842	3.2

## 2) Uji Linearitas.

Bentuk kurva yang didapatkan mengikuti hukum Lamber-Beer yaitu dengan meningkatnya konsentrasi maka absorbansi yang dihasilkan makin turun. Kurva Kalibrasi Standar dapat dilihat pada tabel 3.4.



### Gambar 3.4 Kurva Kalibrasi Standar

#### 3) Penentuan Limit Deteksi ,Penentuan Limit Kuantitasi

Batas deteksi (LoD) merupakan jumlah terkecil analit yang dapat dideteksi dan memberikan respon yang signifikan dibandingkan dengan respon blanko atau *noise* tetapi tidak dapat dikuantitasi sebagai nilai yang pasti (Ermer & Miller, 2005; Miller & Miller, 2005). Sementara, batas kuantitasi (LoQ) menurut ICH adalah konsentrasi terkecil dari analit dalam sampel yang dapat dikuantitasi pada *level* presisi dan akurasi yang sesuai (Ermer & Miller, 2005). Jika konsentrasi LoQ menurun maka presisi juga menurun. Jika presisi tinggi dipersyaratkan, maka konsentrasi LoQ yang lebih tinggi harus dilaporkan. Penentuan Limit Deteksi ,Penentuan Limit Kuantitasi dapat dilihat pada tabel 3.8.

Tabel.3.8 Penentuan Limit Deteksi ,Penentuan Limit Kuantitasi

No	Konsentrasi	Absorban	yi	y-yi	(y-yi) <sup>-2</sup>
1	0,200	0,0082	-0,01376	0,02196	0,00048224
2	0,400	0,0163	-0,00072	0,01720	0,00028968
3	0,600	0,0235	0,01232	0,01118	0,000124992
4	0,800	0,031	0,02536	0,00564	3.18096E-05
5	1,000	0,0382	0,03840	0,0002	4E-08
Jumlah					0.000928764
SY/X					0.0268
LOD					0.0804
LOQ					0.2680

j. Kesimpulan :

1. Dari proses destruksi basah didapatkan kadar timbal (Pb) dengan konsentrasi sampel tertinggi terdapat pada masa kerja 9–12 tahun dengan kadar 0.1648  $\mu\text{g/g}$ , dan yang terendah terdapat pada masa kerja 1-4 tahun dengan kadar 0.0139  $\mu\text{g/g}$ .
2. Semakin lama masa kerja karyawan di SPBU Indarung maka kadar (Pb) pada rambut semakin meningkat.
3. Hasil uji validasi metode analisa kadar logam timbal (Pb) menggunakan pengoksidasi  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$  dengan SSA dapat digolongkan dalam kategori teliti atau valid, dapat ditunjukkan dengan nilai uji recovery 96.24%, presisi 3.2%. linieritas dengan  $r$  0.9998, LoD 0.0804 mg/g, LoQ 0.2680mg/.

#### **4. Artikel keempat**

- a. Judul Artikel : Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) Pada Rambut Karyawan SPBU.
- b. Nama Jurnal : Journal of Saintek.
- c. Penerbit : Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Perintis Padang Jalan Adinegoro KM 17 Simpang Kalumpang Padang.
- d. Volume : Halaman : 9(1): 19-25.
- e. Tahun terbit : 2017.
- f. Penulis Artikel : Dyna Putri Mayaserli, Renowati dan M. Biomed.
- g. Tujuan Penelitian : Mengetahui Perbedaan kadar Pb (timbal) dalam rambut pekerja SPBU di Jl. Ir. Juanda berdasarkan lama masa kerja.
  - a. Metode penelitian :

- 1) Desain : Eksperimental.
- 2) Populasi : Pekerja SPBU jln.Ir Juanda.
- 3) Sampel : Rambut Karyawan SPBU jln.Ir Juanda.
- 4) Instrumen : Spektrofotometer Serapan Atom, *hot plate* dan peralatan gelas.

h. Metode analisis :

a) Preparasi Sampel

Metode destruksi basah dengan menggunakan asam  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{HClO}_4$  (Anonim. 1996) : potong segmen rambut *sekitar* 5 sampai 10 mm panjang dan berat 2 mg. Timbang sampel rambut dan cuci dengan aquades kemudian panaskan selama 15 menit dan didestruksi dengan campuran 1:5  $\text{HClO}_4$ :  $\text{HNO}_3$  hingga membentuk cairan hampir jernih. Encerkan sampel dalam labu ukur 50 mL dengan aquades hingga tanda batas. Kandungan logam Pb dalam rambut dapat dibaca dengan menggunakan SSA menggunakan lampu katoda Pb dengan panjang gelombang 283,3 nm

2) Validasi metode

i. Uji akurasi (ketepatan)

Uji ini *dilakukan* dengan cara menambahkan larutan baku pembanding (Pb 0.6 ppm) kedalam 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<sub>3</sub> dan HCLO<sub>4</sub> dan diukur menggunakan SSA pada panjang gelombang 480 nm.

ii. Uji presisi

Metode uji presisi dilakukan secara *repatibilitas* atau keterulangan dilakukan dalam kondisi yang sama *dalam* interval waktu yang singkat, yaitu dengan mengukur larutan sampel metode destruksi basah menggunakan HNO<sub>3</sub> dan HCLO<sub>4</sub> dengan 3 kali ulang pada hari yang sama, kemudian data hasil absorpsi dihitung simpang bakunya (Ervina, 2003).

iii. Uji Linearitas

Uji *ini* dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi standar dengan beberapa macam konsentrasi *standar* Pb yang dimulai dari larutan tanpa Pb. Kemudian dilanjutkan dengan mengukur standar Pb 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 dan 1 ppm. Setelah itu didapatkan harga “r” (Ervina, 2003).

iv. Uji Limit Deteksi (LoD) Dan Uji Limit Kuintitasi (LoQ)

Menurut (Ervina, 2003) uji LoD dan LoQ dapat diukur dengan konsentrasi standar yang paling rendah yang dapat terdeteksi absorbansinya dngan rumus :

LoD dapat dihitung dengan rumus :  $LoD = 3 \times SD$

LoQ dapat dihitung dengan rumus  $LoQ = 10 \times SD$

v. Uji Akurasi (Ketepatan)

Nilai persentase *recovery* untuk metoda destruksi basah dengan menggunakan  $HNO_3$  dan  $HClO_4$  mempunyai rata-rata *recovery* 96,23 % dengan demikian metoda destruksi ini sudah baik karena rata-rata *recovery* diperoleh 96,23 % yang berada pada nilai kisaran persentase *recovery* yang disaratkan, yaitu pada rentang  $100 \% \pm 15$  dengan nilai yang lebih mendekati 100 %. Rentang tersebut dianggap baik karena menunjukkan bahwa metode tersebut mempunyai ketepatan yang baik dalam menunjukkan tingkat kesesuaian nilai rata-rata dari suatu pengukuran yang sebanding dengan nilai sebenarnya dapat dikatakan pada proses destruksi tidak ada Pb yang hilang dan dapat dianggap akurat

vi. Uji Presisi

Uji presisi dilakukan dengan metode *repeatabilitas*. Nilai persentase metode destruksi sebesar 4.01 %. nilai yang diperoleh masih berada pada rintangan yang disyaratkan. Konsentrasi Pb hasil analisis adalah  $< 5 \%$  sehingga penelitian ini termasuk kedalam kategori *trace analysis*. Hasil perhitungan nilai *Limit of Deteksi* (LoD) yang merupakan penjumlahan antara nilai rata-rata konsentrasi terkecil ditambah dengan hasil perkalian tiga kali *standar deviasi*  $x/y$ , sehingga didapatkan limit deteksi sebesar 0.0804 mg/L. Sedangkan hasil perhitungan nilai limit kuantitasai

(LoQ) jika konsentrasi LoQ menurun maka presisi juga menurun dengan hasil perkalian 10 kali

*standar deviasi*  $x/y$ , didapatkan limit kuantitasi sebesar 0.2680 mg/L.

i. Hasil penelitian :

- 1) Kadar Pb dalam Rambut dengan menggunakan metode destruksi basah.

Didapatkan kadar Pb dalam rambut karyawan SPBU. Semakin lama masa kerjanya semakin tinggi kadar Pb dalam rambut karyawan tersebut, karena lebih lama terpapar Pb. Dari data diatas didapatkan hasil paling tinggi adalah 0.8175  $\mu\text{g/g}$  dengan lama masa kerja 9-12 tahun. Kadar Logam Pb Pada Rambut dapat dilihat pada tabel 3.9.

Tabel. 3.9 Kadar Logam Pb Pada Rambut

Lama masa kerja (Tahun)	Jumlah pekerja (orang)	Kadar rata-rata Pb
1-4	3	0,3561
5-8	3	0,5961
9-12	4	0,8175





**Gambar.3.5 Kurva Kadar Logam Pb pada Rambut (masa kerja 1:1-4 2:5-83:9-12.**

Tabel.3.10. Hasil Uji Recovery Logam Pb pada rambut

Sampel (µg/ml)	Volume sampel	Spike Pb (µg)	Kadar Pb teoritis (µg)	Kadar Pb analisis (µg)	Recovery (%)
A	10	-	-	6.43	-
A+ 2 ml Pb 0.6	10	1.2	7.63	6.82	89.38
A+ 2 ml Pb 0.6	10	1.2	7.63	6.68	87.5
A+ 2 ml Pb 0.6	10	1.2	7.63	8.53	111.8
Rata-rata destruksi					96.23

kurasi.

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 dapat dikatakan pada proses destruksi tidak ada Pb yang hilang dan dapat dianggap akurat .

### 3) Uji Presisi

Uji presisi dilakukan dengan metode reipabilitas, yaitu pengulangan dilakukan dalam kondisi yang sama dalam interval waktu yang singkat. Kondisi sama ini dapat diartikan dengan penggunaan laboratorium yang sama, metode analisis yang sama, dan pereaksi serta peralatan yang sama. Metode reipabilitas dianggap lebih efisien karena waktu yang digunakan lebih singkat serta dengan proses lebih mudah. Presisi yang menggambarkan kesalahan acak dari suatu

pengukuran dinyatakan dalam bentuk persentase Relative Standard Deviation (% RSD) (Sumardi, 2002)

#### 4). Hasil Uji Presisi Logam Pb pada Rambut

Hasil presisi adalah  $< 5\%$  sehingga penelitian ini termasuk kedalam kategori trace analysis.(Sumardi, 2002).

Tabel.3.11 Hasil Uji Presisi

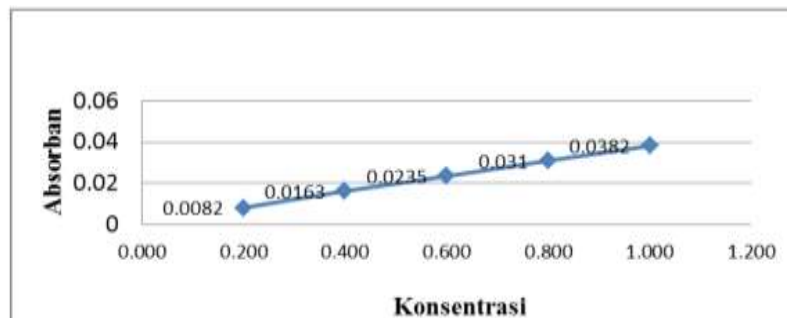
Destruksi	Konsentrasi $\mu\text{g/g}$			RSD %
	I	II	III	
	0,6929	0,6903	0,6222	4,01

#### 5).Uji Limit of Detection (LoD), Limit of Quantitation (LoQ) dan uji Linearitas

Tabel. 3.12 Uji Limit of Detection (LoD), Limit of Quantitation (LoQ)

No	Konsentrasi	Absorban	$y_i$	$y - y_i$	$(y - y_i)^2$
1	0,200	0,0082	-0,01376	0,02196	0,00048224
2	0,400	0,0163	-0,00072	0,01720	0,00028968
3	0,600	0,0235	0,01232	0,01118	0,000124992
4	0,800	0,031	0,02536	0,00564	3.18096E-05
5	1,000	0,0382	0,03840	0,0002	4E-08
Jumlah					0.000928764
SY/X					0.0268
LOD					0.0804
LOQ					0.2680

Hasil perhitungan nilai Limit of Deteksi (LoD) yang merupakan penjumlahan antara nilai rata-rata konsentrasi terkecil ditambah dengan hasil perkalian tiga kali standar deviasi  $x/y$ .



**Gambar.3.6 Kurva kalibrasi larutan standar timbal (Pb)**

Berdasarkan grafik diatas hasil tersebut dapat dilihat pada gambar kurva kalibrasi larutan standar timbal (Pb) yang menunjukkan titik konsentrasi. Dalam kurva kalibrasi menunjukkan hasil yang linear, hasil LOD 0.0082 dan LOQ 0.00182 . Dengan demikian sesuai dengan gambar kurva kalibrasi larutan standar timbal, hasil pengukuran metode destruksi dikatakan lebih baik dengan konsentrasi yang melebihi LOQ sehingga memberikan hasil dengan akurasi yang tinggi.

j. Kesimpulan :

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa lama bekerja mempengaruhi besarnya kandungan logam Pb yang terdapat dalam rambut. Semakin lama bekerja maka semakin besar juga kandungan logam Pb. Jumlah Pb yang paling banyak terdapat pada masa kerja yang paling lama yaitu 9 – 12 tahun dengan kandungan logam Pb sebanyak 0,8175  $\mu\text{g/g}$

## 5. Artikel kelima

- a. Judul Artikel : Korelasi Konsentrasi Particulate Matter (PM<sub>10</sub>) di Udara dan Kandungan Timbal (Pb) dalam rambut Petugas SPBU di Kota Pekanbaru.
- b. Nama Jurnal : *Dinamika Lingkungan Indonesia*.
- c. Penerbit : Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan Universitas Riau Kampus Bina widya Panam KM 12.5 Program Studi Magister Ilmu Lingkungan Program Pascasarjana Universitas Riau Jalan Pattimura No.09 Gedung.I Gobah Pekanbaru.
- d. Volume : Halaman : Volume 2 No.1.
- e. Tahun terbit : 2015.
- f. Penulis Artikel : Vivi Roza, Mirna Ilza, Sofia Anita.
- g. Tujuan Penelitian : menganalisis tingkat pencemaran timbal yang terkandung pada tubuh Petugas SPBU di Kota Pekanbaru adalah dengan menggunakan rambut sebagai indikator pencemaran Pb .
  - a. Metode penelitian :
    - 1) Desain : Eksperimental dan kuisisioner
    - 2) Populasi : Petugas SPBU yang bekerja di ketiga SPBU yang berjumlah 74 orang.
    - 3) Sampel : Rambut Karyawan SPBU
    - 4) Instrument : Kantong plastik, *vial polyethylene*,gunting, Timbangan digital. *Cooling Module* (KMS) atau sistem air

pendingin, ,SSA merek Shimadzu AA 7000 ,*Blower* atau penyedot uap (gas) panas sisa pembakaran.

h. Metode analisis :

Menggunakan dua sumber data yaitu data primer meliputi data kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU dan kuesioner penelitian, sedangkan untuk data sekunder adalah data Konsentrasi PM 10 didapat dari laporan data kualitas udara bulan Maret Tahun 2014 dari Laboratorium BLH Kota Pekanbaru. Penelitian dilaksanakan dengan menggunakan metode survei. Data dikumpulkan dengan menggunakan kuesioner terstruktur dan analisis laboratorium, sedangkan pendekatan yang digunakan adalah *case control*. pengambilan sampel dilakukan secara *purposive random sampling*.

a) Preparasi Sampel

Setiap orang yang bersedia dijadikan responden diambil rambutnya lebih kurang 0,5 – 1,0 cm sebanyak 0,1 - 0,5 gram. Rambut yang telah dipotong kemudian dimasukkan ke dalam kantong plastik yang sudah diberi label atau kode sampel. Dilakukan juga pencatatan terhadap data pribadi responden berkaitan dengan nama, umur, lama bekerja dan lokasi bekerja. Teknik preparasi dan Analisis SSA Sampel rambut yang terkumpul siap dianalisis dengan cara dicuci terlebih dahulu dengan 100 ml acetone kemudian diikuti 3 kali pembilasan dengan air. Setelah itu sampel dicuci kembali dengan acetone dengan maksud untuk

menghilangkan lemak dan kontaminan lain yang bersifat mengganggu kandungan unsur-unsur yang ada di dalam rambut, kemudian sampel dikeringkan pada suhu kamar selama beberapa hari (3 atau 4 hari). Setelah kering, sampel didestruksi basah untuk mendapatkan hasil yang homogen. Hasil homogenisasi dimasukkan ke dalam *vial*, masing-masing sampel kemudian diberi label. Alat SSA yang akan dipakai dihidupkan dan dipanaskan lebih kurang selama 5 menit sampai dengan 10 menit.

Dimasukkan larutan sampel standar ke dalam alat SSA untuk dianalisis. Kemudian dimasukkan larutan sampel rambut yang siap dianalisis ke viret. Masing-masing sampel dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

Akhir dari analisis alat ini akan diperoleh suatu data melalui komputer yang sesuai dengan yang diinginkan. Pengujian menggunakan tingkat signifikansi 0,01 atau tingkat kepercayaan (*confidence interval*) sebesar 99%. Untuk pengujian korelasi konsentrasi PM10 di udara dan kandungan Pb dengan analisis korelasi regresi sederhana.

i. Hasil penelitian :

Kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan kelompok umur tertinggi pada kelompok umur 32-38 tahun dengan rata-rata konsentrasi Pb dalam rambut 0,271157 ppm dan terendah pada kelompok umur 25-38 tahun dengan rata-rata konsentrasi Pb dalam

rambut 0,223113 ppm. Berdasarkan kelompok umur dilakukan uji statistik ANOVA. menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan rata-rata konsentrasi Pb dalam rambut petugas SPBU berdasarkan jenis kelamin perempuan (0,254561 ppm) lebih tinggi dibandingkan dengan jenis kelamin pria (0,252133 ppm).

Berdasarkan jenis kelamin dilakukan uji statistik ANOVA menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan. kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan jenis kelamin dimana nilai  $p > 0,05$ . Konsentrasi rata-rata (Pb) dalam rambut tertinggi berdasarkan lama bekerja berada pada kelompok  $> 2$  tahun 0,264826 ppm dan terendah berada pada kelompok 1-2 tahun sebesar 0,237574 ppm kelompok umur dimana nilai  $p > 0,05$ .

a) Berdasarkan kelompok umur

Kandungan Pb dalam Rambut Petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan Kelompok Umur dapat dilihat pada tabel 3.13.

Tabel.3.13. Kandungan Pb dalam Rambut Petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan Kelompok Umur

<b>Kelompok umur(thn)</b>	<b>N</b>	<b>Mean (ppm)</b>	<b>Standar deviasi (ppm)</b>
18-24	33	0,263861	0,188497
25-31	16	0,223113	0,178489
32-38	7	0,271157	0,090243
Total	56	0,253130	0,174992

## b) Berdasarkan Jenis Kelamin

Tabel.3.14 Kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan jenis kelamin

<b>Jenis kelamin</b>	<b>N</b>	<b>Mean (ppm)</b>	<b>Standar deviasi (ppm)</b>
Wanita	23	0,254561	0,157079
Pria	33	0,252133	0,1888556
Total	56	0,253130	0,1749925

## c) Berdasarkan Lama Bekerja.

Tabel.3.15 Kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan lama bekerja

<b>Lama bekerja</b>	<b>N</b>	<b>Mean (ppm)</b>	<b>Standar deviasi (ppm)</b>
< 1 tahun	18	0,257206	0,119615
1-2 tahun	19	0,237574	0,235276
>2 tahun	19	0,264826	0,155832
Total	56	0,253130	0,174992

Berdasarkan uji tersebut menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan lama bekerja dimana nilai  $p > 0,05$ .

## d) Berdasarkan Kelompok (KasusKontrol).

Tabel.3.16. Kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan kelompok (kasus-kontrol)

<b>Kelompok</b>	<b>N</b>	<b>Mean (ppm)</b>	<b>Standar deviasi (ppm)</b>
-----------------	----------	-------------------	------------------------------



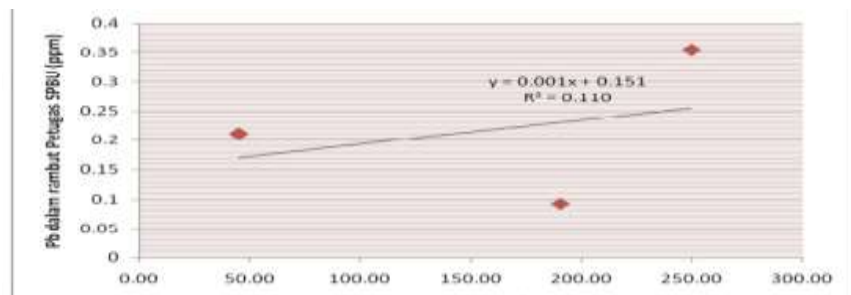
Kasus	50	0,245336	0,1823720
Kontrol	6	0,318083	0,0723350

e) Berdasarkan Lokasi.

Tabel.3.17 Kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan lokasi

Lokasi	N	Mean (ppm)	Standar deviasi (ppm)
Kulim	10	0,245336	0,1823720
Panam	21	0,318083	0,0723350
Sukajadi	25	0,353400	0,1487266
Total	56	0,253130	0,1749925

Untuk melihat perbedaan kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan lokasi dilakukan uji statistik ANOVA. Berdasarkan uji tersebut menunjukkan perbedaan yang signifikan kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan lokasi dimana nilai  $p < 0,05$ .



Gambar .3.7. Korelasi PM10 dengan Kandungan Timbal dalam Rambut Petugas SPBU di Kota Pekanbaru (Roza,2015)

#### J.Kesimpulan :

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka diperoleh kesimpulan bahwa konsentrasi PM10 pada bulan Maret 2014 di Stasiun PEF 1 (Kulim) sebesar 190,27  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ , PEF 2 (Sukajadi) 249,62  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  dan PEF 3 (Tampan) 44,91  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ . Tidak terdapat perbedaan kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan kelompok umur, jenis kelamin, lama bekerja dan kelompok (kasus-kontrol) ( $p > 0,05$ ). Namun terdapat perbedaan kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru berdasarkan lokasi ( $p < 0,05$ ). Untuk konsentrasi PM10 dengan kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru menghasilkan persamaan  $Y=0,151 + 0,001x$ . Dengan  $R^2 = 0,110$  sebagai koefisien determinan sehingga menunjukkan hubungan positif yang lemah antara konsentrasi PM10 dengan kandungan Pb dalam rambut petugas SPBU di Kota Pekanbaru.