

## ADSORPSI LOGAM Pb(II) DENGAN ARANG TEMPURUNG KELAPA PADA JAMU ASAM URAT SERTA VALIDASI METODE ANALISIS KADARNYA DENGAN SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM

W. Wahyuni\*, S. Supriyadi, N. Harmastuti

*Program Studi Magister Farmasi, Fakultas Farmasi, Universitas Setia Budi Surakarta, Surakarta, Jawa Tengah, Indonesia*

*\*Email: wahyunini98@gmail.com*

---

### ABSTRAK

Masyarakat lebih memilih pengobatan herbal karena dianggap lebih aman dan alami. Namun, pencemaran logam berat seperti timbal (Pb) yang berasal dari lingkungan dan proses industri dapat menimbulkan risiko kesehatan yang serius. Oleh karena itu, penelitian ini bertujuan untuk menganalisis arang tempurung kelapa sebagai adsorben untuk menurunkan pencemaran Pb pada jamu asam urat dan memvalidasi metode yang digunakan untuk menganalisis kadar logam Pb. Penelitian diawali dengan pengambilan sampel jamu asam urat di Kecamatan Sampung, Kabupaten Ponorogo, dengan menggunakan teknik random sampling. Preparasi dan karakterisasi arang tempurung kelapa serta adsorpsi logam Pb menggunakan arang dilakukan untuk mengevaluasi efektivitas adsorben dalam menurunkan pencemaran logam berat timbal (Pb) pada jamu asam urat dan menentukan kondisi optimal untuk proses adsorpsi. Kadar logam Pb dianalisis menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Sebanyak 17 kali percobaan dirancang melalui pendekatan Design Expert dengan variasi pH, waktu kontak, dan kadar adsorben untuk mengidentifikasi kombinasi terbaik dalam mengoptimalkan penurunan kadar Pb. Hasil penelitian menunjukkan bahwa optimasi reduksi logam berat timbal (Pb) mencapai hasil optimum pada run ke-4 (pH 4, waktu kontak 90 menit, dan kadar adsorben 8% b/v) dengan penurunan kadar Pb sebesar 87,76%. Validasi metode analisis logam Pb menunjukkan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) hasil uji linearitas, recovery, dan Relative Standard Deviation (RSD) berturut-turut sebesar 0,9977, 99,4%, dan 0,47%. Nilai Limit of Detection (LOD) yang diperoleh sebesar 0,0353 mg/L dan nilai Limit of Quantitation (LOQ) sebesar 0,117 mg/L. Dapat disimpulkan bahwa penggunaan arang tempurung kelapa sebagai adsorben mampu menurunkan kadar Pb dalam jamu asam urat secara signifikan. Selain itu, parameter metode analisis validasi telah memenuhi syarat sehingga penggunaan metode SSA untuk mengetahui kadar logam Pb dalam jamu asam urat pada penelitian ini menghasilkan data yang valid.

**Kata kunci:** adsorben, arang tempurung kelapa, jamu asam urat, timbal

### ABSTRACT

People prefer herbal remedies because they are considered safer and more natural. However, heavy metal contamination, such as lead (Pb), gained from environmental and industrial processes, poses a serious health risk. Therefore, this research aimed to analyze the coconut shell charcoal as an adsorbent to reduce Pb contamination found in the uric acid herbal medicine and validate the method used to analyze the Pb metal content. The research began with collecting uric acid herbal medicine samples in the Sampung District, Ponorogo Regency, using random sampling techniques. Preparation and characterization of coconut shell charcoal, as well as adsorption of Pb metal using the charcoal, was carried out to evaluate the effectiveness of the adsorbent in reducing lead (Pb) heavy metal contamination in the uric acid herbal medicine and determine the optimal conditions for the adsorption process. The Pb metal content was analyzed using an Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) method. A total of 17 experimental runs were designed through the Design Expert approach with variations in pH, contact time, and adsorbent content to identify the best combination for optimizing the reduction of Pb levels. The results showed that optimization of lead (Pb) heavy metal reduction achieved the optimum results in the 4th run (pH 4, contact time 90 minutes, and adsorbent content 8% w/v), decreasing Pb content 87.76%. Validation of the Pb metal analysis method showed the correlation coefficient ( $r$ ) of the linearity test results, recovery, and Relative Standard Deviation (RSD) were 0.9977, 99.4%, and 0.47%, respectively. The Limit of Detection (LOD) value obtained was 0.0353 mg/L, and the Limit of Quantitation (LOQ) value was 0.117 mg/L. In conclusion, using coconut shell charcoal as an adsorbent significantly reduced Pb levels in uric acid herbal medicine. Moreover, the parameters of a validation analytical method have met the requirements thus using an AAS method to determine the levels of Pb metal in uric acid herbal medicines in this study produced valid data.

**Keywords:** charcoal, coconut shell, timbal, uric acid herbal

## PENDAHULUAN

Dalam beberapa tahun terakhir, telah terjadi pergeseran signifikan menuju penggunaan obat herbal, didorong oleh persepsi bahwa obat herbal lebih aman dan lebih alami dibandingkan dengan obat sintesis. Tren ini telah sangat terlihat selama krisis kesehatan, seperti pandemi, di mana orang mencari pengobatan alternatif untuk meningkatkan kekebalan tubuh dan kesehatan secara keseluruhan. Meskipun berasal dari alam, obat herbal rentan terhadap kontaminasi oleh logam berat seperti timbal (Pb) (Kusumo *et al.*, 2020 dan Noor *et al.*, 2021).

Kontaminasi ini dapat terjadi melalui paparan lingkungan dan proses industri, yang menimbulkan risiko kesehatan serius bagi konsumen. Timbal sangat mengkhawatirkan karena efek toksiknya pada kesehatan manusia, yang memerlukan langkah-langkah ketat untuk mengendalikan keberadaannya dalam produk herbal (Fitriani, 2017).

Untuk melindungi kesehatan masyarakat, badan regulasi telah menetapkan batasan pada tingkat logam berat yang diperbolehkan dalam obat herbal (Kiswando *et al.*, 2022) Misalnya, peraturan BPOM mengharuskan bahwa kandungan timbal tidak boleh melebihi 10 ppm dalam produk-produk ini. Ini menekankan pentingnya pemantauan terus-menerus dan strategi efektif untuk meminimalkan kontaminasi logam berat.

Dalam penelitian ini, arang tempurung kelapa dimanfaatkan sebagai adsorben untuk menurunkan kadar timbal dalam obat herbal. Teknik ini memanfaatkan sifat adsorpsi alami dari arang aktif yang dihasilkan dari tempurung kelapa, yang telah terbukti efektif dalam mengikat dan mengeluarkan logam berat dari larutan. Menurut (Wijayanti *et al.*, 2018), untuk mengoptimalkan proses adsorpsi, penelitian ini menerapkan metode *Design Expert* yang memungkinkan dapat digunakan untuk evaluasi menyeluruh terhadap berbagai parameter, seperti pH, waktu kontak, dan konsentrasi adsorben, sehingga dapat menemukan kondisi yang paling efektif untuk pengurangan kadar timbal.

Selain itu, penelitian ini juga mempertimbangkan faktor-faktor lain yang dapat mempengaruhi efisiensi adsorpsi, seperti suhu dan ukuran partikel adsorben. Dengan pendekatan yang sistematis dan terencana, diharapkan hasil dari penelitian ini dapat memberikan kontribusi signifikan dalam pengembangan metode pemurnian obat herbal, sehingga aman untuk

digunakan dan bebas dari kontaminasi logam berat. Hal ini sangat penting mengingat meningkatnya kesadaran masyarakat akan kesehatan dan keamanan produk herbal. (Nugroho, 2012).

Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) digunakan untuk mengukur konsentrasi timbal secara akurat dalam obat herbal yang telah diolah. SSA terkenal karena presisi dan keandalannya dalam mendeteksi jejak logam berat, sehingga memastikan efektivitas proses adsorpsi divalidasi dengan baik. (Helaluddin *et al.*, 2016)

Kontaminasi timbal dapat membahayakan kesehatan konsumen dan mengurangi kepercayaan terhadap produk herbal. Studi ini bertujuan untuk memberikan solusi praktis dalam meminimalkan kontaminasi logam berat, sehingga menghasilkan obat herbal yang lebih aman dan berkualitas.

## MATERI DAN METODE

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah jamu asam urat, alkohol 96%, aqua destilata, tempurung kelapa, HNO<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30%, NaOH 30%, Larutan Standar Pb.

### Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah Oven (*binder FD*), neraca analitik (*newtech ntca*), cawan porselen, mortal, furnace (*neycraft*), ayakan ukuran 30-40 mesh, krusibel porselen, desikator, kaca arloi, botol semprot, pipet tetes, pipet volume (*pyerx IWAKI*), Erlenmeyer (*pyerx IWAKI*), gelas kimia (*pyerx IWAKI*), blender (*Panasonic*), kertas saring, loyang dan lemari asam, *hotplate (thermo)*, Spektrofotometri Serapan Atom (*Shimadzu 6650*)

### Cara Kerja

#### Pengambilan Sampel

Sampel dalam penelitian ini adalah jamu asam urat yang dijual bebas di kecamatan Sampung Kabupaten Ponorogo dengan menganalisis tingkat awal Pb dan setelah pemberian adsorben tempurung kelapa dengan variasi waktu kontak, pH, dan massa adsorben, menggunakan teknik destruksi.

#### Pembuatan Arang Aktif Tempurung Kelapa

Tempurung kelapa sebanyak 1 kg, dibersihkan dan dikeringkan. Setelah itu, tempurung kelapa dihancurkan menjadi potongan kecil dan diarangkan di dalam furnace. Arang

yang dihasilkan kemudian diayak menggunakan ayakan dengan ukuran mesh 30-40. Selanjutnya, karbon yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C dan disimpan dalam desikator sebelum proses aktivasi. Untuk mengaktifkan karbon secara kimia, sebanyak 100g karbon direndam dalam 500 mL larutan NaOH 30% selama 24 jam, kemudian ditiriskan. Setelah itu, karbon disaring dan dibilas dengan aquades berulang kali hingga mencapai pH netral yang diinginkan. Terakhir, karbon yang telah teraktivasi dimasukkan ke dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam sebelum didinginkan dalam desikator.

#### **Karakterisasi Adsorben Tempurung Kelapa** **Uji Kadar Air**

Sebanyak 0,5gram adsorben ditimbang kemudian dimasukkan dalam oven 105°C selama 1 jam. kemudian dimasukkan dalam desikator sampai dingin dan ditimbang hingga diperoleh bobot konstan

#### **Uji Kadar Abu**

Sebanyak 0,5gram adsorben ditimbang dan dimasukkan ke furnace pada kadar adsorben 500°C selama 3 jam kemudian dimasukkan dalam desikator sampai dingin dan ditimbang hingga diperoleh bobot konstan

#### **Pembuatan Larutan Induk Pb<sup>2+</sup>1000 ppm**

Sebanyak 250 mg Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> ditimbang dan dilarutkan dengan sedikit aquades. Setelah larut dimasukkan dalam labu takar 250 mL dan ditambahkan aquades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

#### **Preparasi Sampel**

Jamu asam urat di timbang sebanyak 2 g dan dianalisis kadar Pb awalnya. Sampel tersebut dimasukkan dalam erlenmeyer dengan kapasitas 100 mL. Selanjutnya ditambahkan 20 mL asam nitrat pekat (HNO<sub>3</sub>) Setelah menambahkan asam nitrat pekat, sampel ditempatkan di atas pemanas listrik (*hotplate*) dan dipanaskan sampai mendidih sekitar 10 menit. Setelah mendidih, pemanas dimatikan dan ditambahkan 5 tetes hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 30% kemudian pemanasan dilanjutkan dengan penambahan sedikit demi sedikit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> hingga 4 mL, pemanasan dihentikan sampai larutan jernih, sampel diangkat dari pemanas dan didinginkan. Larutan kemudian disaring menggunakan kertas saring Whatman No. 42. filtrat yang dihasilkan

dimasukkan ke dalam labu 25 mL dan diencerkan dengan aqua destilat hingga mencapai tanda batas. Sampel kemudian dianalisis kadar Pb nya menggunakan spektrofotometri serapan atom.

#### **Adsorpsi Logam Berat Timbal pada Jamu Asam Urat dengan Arang Tempurung Kelapa**

Sampel yang telah didestruksi basah menggunakan asam nitrat pekat dan hidrogen peroksida dimasukkan ke dalam labu 25 mL dan masing-masing ditambahkan dengan formula yang didapatkan dari *design expert* sebanyak 17 formula dengan variasi massa adsorben (6 g; 8 g; 10 g), pH (3,5; 4) dan waktu kontak (30 menit; 60 menit; 90 menit). Setelah adsorpsi dilakukan larutan sampel dianalisis untuk mengetahui kadar Pb<sup>2+</sup> nya menggunakan spektrofotometri serapan atom.

#### **Validasi Metode Uji Kadar Pb dengan SSA** **Linieritas**

Larutan baku 6 ppm, 7 ppm, 8 ppm, 9 ppm dan 10 ppm disiapkan, kemudian diukur absorbansi dari setiap larutan baku menggunakan alat spektrofotometri serapan atom. Nilai R<sup>2</sup> (koefisien determinasi) dan koefisien korelasi (r) mendekati 1 yang menunjukkan hubungan linier yang baik.

#### **Presisi**

Larutan standar dengan konsentrasi tetap (7 ppm) diukur absorbansinya sebanyak 6 kali kemudian dihitung rata-rata, deviasi standar, dan simpangan baku relatifnya atau *Relative Standard Deviation* (RSD). Jika RSD ≤ 1%, artinya sangat teliti. Jika 1% < RSD ≤ 2% artinya teliti, jika 2% < RSD ≤ 5% artinya ketelitian sedang dan jika RSD > 5% artinya tidak teliti (Riyanto, 2014).

#### **Akurasi**

Larutan baku 8 ppm disiapkan lalu ditambah dengan sampel, kemudian diukur kadarnya dan dibandingkan kadar sampel dan baku timbalnya. Nilai recovery yang baik pada rentang 95%-102%.

#### **Limit of Detection (LOD) dan Limit of Quantitation (LOQ)**

Absorbansi larutan blanko (tanpa timbal) diukur untuk menentukan sinyal dasar, LOD dan LOQ menunjukkan konsentrasi terendah yang dapat diukur dengan akurasi dan presisi yang dapat diterima.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Arang Tempurung Kelapa

Penelitian adsorpsi timbal dengan tempurung kelapa, pertama kali dibuat arang tempurung kelapa. 3 kg tempurung kelapa menghasilkan 450 g arang dengan persentase hasil 15% dengan penambahan NaOH 30%.

Karakterisasi arang aktif dilakukan dengan dua parameter utama, yaitu kandungan air dan kandungan abu. Kadar air adalah salah satu sifat kimia penting yang mempengaruhi kualitas arang aktif. Untuk menentukan kandungan air, sebanyak 0,5 g arang aktif diambil dan dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam. Proses ini bertujuan untuk memaksimalkan dehidrasi arang aktif. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa kandungan air sebelum proses aktivasi mencapai 16,34%, sementara setelah aktivasi, tingkat air turun menjadi 7,54%. Penurunan signifikan kadar air ini menunjukkan bahwa proses aktivasi berhasil mengurangi kandungan air, yang sebelumnya terjebak dalam adsorben. Kadar air yang rendah setelah aktivasi ini memenuhi standar SNI 06-3730-95, yang menyatakan bahwa kadar arang aktif harus lebih rendah dari 15%. Selain itu, penurunan kadar air ini juga berkontribusi pada peningkatan kapasitas adsorpsi arang aktif (Budiono, 2010).

Hasil penelitian pada pengujian kadar abu menunjukkan presentase berat dari oksida mineral yang terkandung dalam arang. Pada pengujian kadar abu, arang aktif dipanaskan pada suhu 500°C selama 3 jam. Hasilnya menunjukkan bahwa kadar abu sebelum aktivasi adalah 1,21%, sementara setelah aktivasi turun menjadi 0,75%. Penurunan kadar abu ini disebabkan oleh kelarutan oksida logam yang terjadi selama proses aktivasi, yang memungkinkan pembentukan pori-pori baru di dalam batubara. Tingkat abu yang lebih rendah dari ambang batas 10% menunjukkan bahwa arang aktif memenuhi SNI 06-3730-95, dan peningkatan luas permukaan pori-pori arang aktif dengan menghilangkan hidrokarbon yang menghambat dan memperluas pori-pori sehingga meningkatkan luas permukaan serta daya serap arang aktif (Yuningsih *et al*, 2016).

### Analisis dan Adsorpsi Logam Pb<sup>2+</sup>

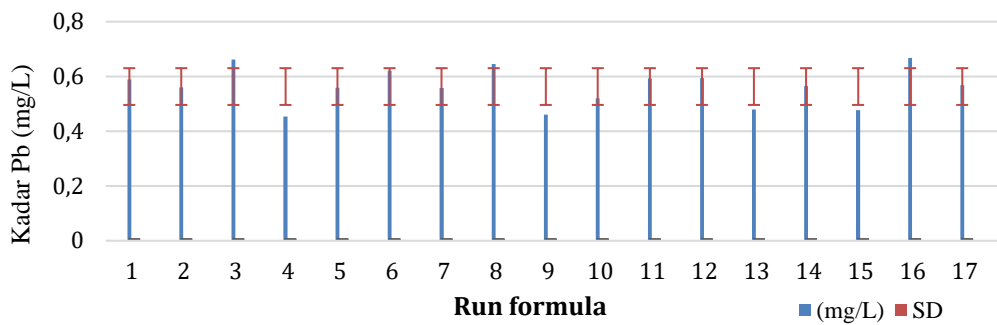
Jamu asam urat yang diperoleh dari kecamatan Sampung, Kabupaten Ponorogo,

adalah produk herbal yang banyak digunakan untuk meredakan gejala asam urat. Untuk memastikan keamanan dan kualitasnya, analisis kandungan logam berat, terutama timbal (Pb), harus dilakukan. Proses analisis dimulai dengan mengambil sampel 2 g yang ditimbang dengan hati-hati menggunakan timbangan analitik.

Dalam proses destruksi basah, asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) dan hidrogen peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) memainkan peran penting dalam mengoksidasi dan menghilangkan kontaminan. (Park *et. al*, 2005). HNO<sub>3</sub> diperoleh dari oksidasi NO<sub>2</sub>, yang terbentuk melalui reaksi dengan oksigen. Kehadiran air meningkatkan reaksi-reaksi ini, memperkuat penghilangan NO dari gas yang mengalir. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, sebagai agen pengoksidasi yang kuat, digunakan untuk menghilangkan kontaminan organik dan memfasilitasi pembentukan radikal OH, yang berkontribusi pada proses oksidatif yang lebih efektif. (Lu, *et. al*, 2022).

Pada adsorpsi logam Pb<sup>2+</sup> dengan arang tempurung kelapa dilakukan variasi waktu kontak, pH, dan kadar adsorben yang digunakan untuk mengoptimalkan pengurangan logam Pb<sup>2+</sup> dalam jamu asam urat. Waktu kontak yang diuji adalah 30 menit, 60 menit, dan 90 menit. Waktu kontak yang lebih lama diharapkan dapat meningkatkan efisiensi penyerapan logam berat. Variasi pH yang digunakan berada dalam kisaran 3 hingga 4, dimana kondisi asam dapat meningkatkan interaksi antara jamu asam urat dan logam berat. Variasi kadar adsorben yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 6% (w/v), 8% (w/v), 10% (w/v). Kadar Adsorben 6% (w/v) dapat memberikan gambaran awal mengenai kinerja penyerapan, sedangkan 8% (w/v) dapat meningkatkan luas permukaan kontak dan situs aktif untuk interaksi dengan logam berat.

Pengukuran kadar logam Pb sebelum adsorpsi menunjukkan penyerapan yang bervariasi, dengan nilai rata-rata kadar timbal 3.7103 mg/L. Sedangkan hasil setelah perlakuan menunjukkan penurunan signifikan pada kadar timbal, dengan presentase penurunan berkisar antara 82,16% hingga 87,76%. Kadar timbal pada jamu asam urat setelah perlakuan dengan adsorben tempurung kelapa dapat dilihat pada Gambar 2. Persentase penurunan kadar Pb terbaik (87,76%) dihasilkan pada kondisi pH 4, waktu kontak 90 menit dan kadar adsorben 8% (w/v).



**Gambar 1.** Kadar Pb pada jamu setelah adsorpsi dengan arang tempurung kelapa

Faktor-faktor seperti konsentrasi logam awal, waktu kontak, dan pH larutan memainkan peran penting dalam menentukan efektivitas injeksi asam varises. Metode spektrofotometri absorpsi atom digunakan untuk mengukur kadar timbal dengan presisi tinggi, melibatkan penguapan sampel dan pengukuran intensitas cahaya yang diserap oleh atom timbal. Karakteristik adsorben juga dianalisis dengan menentukan pH, yang menunjukkan bahwa rentang pH 3-4 secara signifikan mempengaruhi tingkat  $Pb^{2+}$  yang teradsorpsi. Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa pH optimal untuk penghilangan  $Pb^{2+}$  berkisar antara 4, dengan efisiensi mencapai 94,5% hingga 99,86%. (Permatasari, *et al.*, 2016).

Waktu kontak juga mempengaruhi efisiensi adsorpsi. Pada 30 menit, adsorben belum sepenuhnya teradsorpsi, tetapi pada 60 menit, terjadi peningkatan signifikan dalam penyerapan Pb. Semakin lama waktu kontak, semakin banyak yang diserap pada permukaan bioadsorben, sehingga mengurangi kadar  $Pb^{2+}$  dalam sampel. Tingkat adsorben yang digunakan dalam penelitian ini adalah 6%, 8%, dan 10% arang aktif kelapa unggas. Peningkatan jumlah adsorben meningkatkan jumlah arang aktif yang tersedia untuk pertukaran ion logam. Namun, setelah titik kejenuhan tercapai, menambahkan adsorben tidak lagi meningkatkan kapasitas adsorpsi. Temuan tersebut mengonfirmasi pentingnya kondisi optimal dalam proses adsorpsi logam berat menggunakan paduan asam urat sebagai agen adsorben (Maslahat, *et. al*, 2017).

### Analisis Data

Dalam penelitian ini, analisis varians (ANOVA) dilakukan untuk mengevaluasi pengaruh beberapa faktor terhadap proses adsorpsi logam Pb. Hasil ANOVA menunjukkan bahwa model yang digunakan signifikan, dengan

nilai F sebesar 44,97 dan nilai p kurang dari 0,0001. Ini menunjukkan bahwa probabilitas hasil yang diperoleh terjadi karena faktor kebisingan atau acak sangat kecil, kurang dari 0,01%. Analisis lebih lanjut mengungkapkan bahwa faktor waktu kontak (A) memiliki nilai F yang tinggi, 134,85, dengan nilai p juga kurang dari 0,0001. Ini menunjukkan bahwa faktor waktu kontak memainkan peran penting dalam meningkatkan efisiensi adsorpsi; semakin lama waktu kontak, semakin tinggi kapasitas penyerapan yang dicapai. Namun, faktor pH (B) dan tingkat adsorben (C) tidak menunjukkan pengaruh yang signifikan, dengan nilai p masing-masing 0,9145 dan 0,8436. Ini menunjukkan bahwa variasi pH dan tingkat adsorpsi tidak memiliki dampak signifikan terhadap kemampuan belerang asam urat dalam mengadsorpsi timbal.

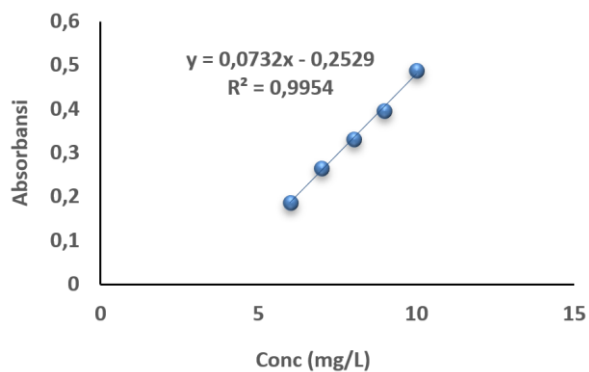
Dalam analisis regresi, koefisien untuk waktu kontak adalah 2,44, yang berarti bahwa setiap peningkatan satu unit dalam waktu kontak meningkatkan efisiensi adsorpsi sebesar 2,44 unit. Sebaliknya, koefisien untuk pH dan tingkat adsorben masing-masing adalah 0,0230 dan 0,0423, dengan interval kepercayaan yang mencakup nol, menunjukkan bahwa efek keduanya mungkin tidak signifikan. Nilai *Variance Inflation Factor* (VIF) untuk semua variabel adalah 1,0000, menunjukkan tidak ada masalah multikolinearitas antara faktor-faktor yang diuji. Hasil ini mengonfirmasi bahwa waktu kontak adalah faktor kunci dalam proses adsorpsi logam Pb jamu asam urat menggunakan adsorben arang tempurung kelapa.

### Validasi Metode Analisis

#### Linieritas

Kurva kalibrasi antara konsentrasi ion Pb menunjukkan persamaan regresi linier ( $y = 0.0732x - 0.2529$ ) dengan koefisien determinasi

(R<sup>2</sup>) sebesar 0,9954. Nilai koefisien korelasinya (r) adalah 0,9977 yang mendekati 1 ini menunjukkan hubungan yang sangat kuat dan positif antara tingkat ion Pb (x) dan sinyal atau respons (y). Hubungan linier yang baik ini menunjukkan bahwa metode pengukuran memiliki akurasi dan presisi tinggi, sehingga respons dapat diprediksi dengan baik terkait kadar ion Pb (Huber, 2007).



Gambar 2. Kurva Linearitas

**Akurasi**

Hasil pengujian akurasi menggunakan metode adisi standar akan memberikan informasi mengenai ketepatan (akurasi) metode analisis yang digunakan untuk menentukan kandungan ion logam Pb dalam sampel jamu asam urat. Nilai pemulihan yang diperoleh mencerminkan seberapa dekat pengukuran dengan nilai sebenarnya. Nilai *recovery* yang baik berada dalam kisaran 80%-120%, dengan tiga pengulangan yang dilakukan. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa nilai akurasi 80%, 100% dan 120% pada pengujian baku timbal dan sampel memiliki nilai *recovery* yang baik, masing-masing dengan nilai rata-rata 96,70%, 99,04% dan 102% (Tabel 1). Hasil rata-rata ketiganya didapatkan *recovery* sebesar 99,24% yang telah memenuhi syarat rentang nilai yang diharapkan yaitu 95%-102% (Huber, 2007). Hasil ini menunjukkan bahwa metode analisis yang digunakan sangat akurat dan dapat diandalkan dalam menentukan kandungan ion logam Pb.

Tabel 1. Tabel Penentuan Akurasi

Akurasi	Kadar (ppm)			Recovery %	Rata-rata %	Rata-rata %
	Sampel + Baku	Sampel	Baku			
80%	0,7834	0,4616	0,3321	96,89	96,70	
	0,7830	0,4619	0,3320	96,71		
	0,7825	0,4615	0,3326	96,51		
100%	0,8603	0,4920	0,3723	98,92	99,04	99,24
	0,8618	0,4924	0,3729	99,00		
	0,8624	0,4927	0,3726	99,22		
120%	0,8460	0,4790	0,3690	99,45	102	
	0,8462	0,4798	0,3687	104,25		
	0,8462	0,4697	0,3680	102,30		

**Presisi (Ketelitian)**

Presisi *repeatability* adalah kedekatan hasil dari pengujian individu dalam kegiatan pengukuran berulang dalam sampel homogen serta waktu yang berdekatan dan kondisi yang sama. Persen RSD menyatakan tingkat ketelitian analisis, semakin kecil %RSD yang dihasilkan maka semakin tinggi tingkat ketelitiannya. Hasil pada penelitian ini *repeatability* diperoleh kadar rata-rata Pb sebesar 0,4862 mg/L dengan nilai % RSD < 2 membuktikan bahwa memenuhi syarat pengujian presisi (Huber L, 2007).

Tabel 2. Penentuan RSD

Pengulangan	Konsentrasi Pb <sup>2+</sup> (mg/L)
1	0,4870
2	0,4876
3	0,4867
4	0,4873
5	0,4811
6	0,4875
<b>Average</b>	<b>0,4862</b>
<b>SD</b>	<b>0,002301</b>
<b>RSD (%)</b>	<b>0,473205</b>

## LOD dan LOQ

Batas kuantifikasi atau LOQ dan batas deteksi atau LOD merupakan parameter untuk menentukan batas kadar suatu analit yang dapat terkuantifikasi dan terdeteksi oleh suatu alat. Sebelum dilakukan perhitungan LOD dan LOQ, perlu dilakukan uji hubungan linier antara kadar dengan absorbansi.

Dari kurva kalibrasi selanjutnya data diolah untuk menentukan batas deteksi (LOD)

dan batas kuantitasi (LOQ). Tabel 3 menunjukkan nilai LOD pada penelitian ini yaitu 0,0353 mg/L sedangkan nilai LOQ sebesar 0,117 mg/L. Sensitivitas suatu metode analisis dapat dinyatakan dalam batas deteksi (LOD). *Limit of Detection* (LOD) adalah kadar analit terkecil dalam sampel yang masih dapat dideteksi dan memberikan respon berbeda signifikan dengan blanko ataupun *noise*. (Harmono *et al.*, 2020)

**Tabel 3. Penentuan LOD dan LOQ**

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi (y)	$\hat{y}$	$y - \hat{y}$	$(y - \hat{y})^2$
Blanko	0	-0,0005	0,0005	0,00020736
6	0,1854	0,1850	0,0004	0,00023104
7	0,2662	0,2659	0,0003	0,00043681
8	0,3321	0,3310	0,0011	0,00128164
9	0,3945	0,3940	0,0005	0,00047089
10	0,4875	0,4873	0,0002	0,00020736
<b>Total</b>				<b>0,00262774</b>
<b>SD</b>				<b>0,00086159</b>
<b>LOD</b>				<b>0,03530776</b>
<b>LOQ</b>				<b>0,11769255</b>

## SIMPULAN

Kontaminasi logam timbal (Pb) sebanyak 3,7103 mg/L ditemukan dalam jamu asam urat yang dijual bebas di Kecamatan Sampung, Kabupaten Ponorogo. Adsorpsi dengan arang tempurung kelapa memberikan pengaruh signifikan terhadap efisiensi penurunan kadar timbal (Pb) dalam jamu asam urat dengan persentase penurunan 87,76% pada kondisi pH 4, waktu kontak 90 menit, dan kadar adsorben 8% (w/v). Validasi metode analisis logam Pb menunjukkan koefisien korelasi (r) hasil uji linieritas, perolehan kembali dan RSD berturut-turut sebesar 0,9977, 99,4%, dan 0,47%. Sedangkan nilai LOD yang didapat yaitu 0,0353 mg/L dan nilai LOQ sebesar 0,117 mg/L. Nilai ini merupakan batas kadar terendah yang dapat digunakan untuk penetapan kadar dan masih dapat memberikan kecermatan analisis. Berdasarkan nilai setiap parameter yang memenuhi persyaratan maka metode analisis dengan SSA yang dipakai untuk menentukan kadar logam Pb dalam jamu asam urat menghasilkan data yang valid.

## DAFTAR PUSTAKA

Budiono. A. 2010. Pengaruh Arang Aktif Tempurung Kelapa dengan Asam Sulfat dan

- Asam Fosfat untuk Adsorpsi Fenol. *Tesis*. Universitas Diponegoro, Semarang.
- Harmono, D., Heri. 2020. Validasi Metode Analisis Logam Merkuri (Hg) Terlarut Pada Air Permukaan dengan Automatic Mercury Analyzer. *Indonesia Journal of Laboratory*. 2(3). 11-16.
- Fitriani, F. 2017. Penyerapan Ion Logam Pb (II) dari Larutan Menggunakan Serbuk Daun Puring (*Codiaeum Variegatum*). *Jurnal Pendidikan Matematika dan IPA*. 8(1): 34-42.
- Helaluddin, A. B. M., Khalid, R. S., Alaama, M. and Abbas, S. A. 2016. Main Analytical Techniques Used for Elemental Analysis in Various Matrices. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*. 15(2):427.
- Huber, L. 2007. *Validation and Qualification in Analytical Laboratories*. New York, USA: Informa Healthcare.
- Kiswandono, A. A., Prasetyo, S. I., Rinawati, R., Rahmawati, A. and Risgiyanto, A. 2022. Analisis Logam Berat Cd, Fe dan Pb pada Air Sungai Way Umpu Kabupaten Way Kanan Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*. 7(1):68.
- Kusumo, A. R., Wiyoga, F. Y., Perdana, H. P., Khairunnisa I., Suhandi, R. I. and Prastika, S. S. 2020. Jamu Tradisional Indonesia

- Tingkatkan Imunitas Secara Alami Selama Pandemi. *Jurnal Layanan Masyarakat (Journal of Public Services)*. 4(2):465.
- Lu, D., Zhang, Z. H. and Wang, Z. H. 2022. Heavy Metal Uptake by Bryophytes and Vascular Plants in a Manganese Carbonate Slag Field, China. *Plant Biology*. 24(2): 380–386.
- Maslahat, M., Taufik, A. and Subagja, P. W. 2017. Pemanfaatan Limbah Cangkang Telur Sebagai Biosorben Untuk Adsorpsi Logam Pb dan Cd. *Jurnal Sains Natural*. 5(1):92.
- Noor, R. J., Kabangnga, A. and Fathuddin, F. 2021. Distribusi Spasial dan Faktor Kontaminasi Logam Berat di Pesisir Kota Makassar. *Jurnal Kelautan Tropis* 24(1): 93–101.
- Nugroho, A. 2012. *Pemanfaatan Software dalam Penelitian*. Universitas Gajah Mada.
- Park, J., and Lee, J. 2005. The Simultaneously Generating Characteristics of Dissolved O<sub>3</sub> and H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Using a Wet Packed-Barrier Type Reactor Applied High-Frequency Voltage in Tap Water. *Journal of Advanced Oxidation Technologies*. 8(1): 47-52.
- Permatasari, D., Heraldy, E. and Lestari, W. W. 2016. Biosorption of Toxic Lead (II) Ions Using Tomato Waste (*Solanum Lycopersicum*) Activated by NaOH. *AIP Conference Proceedings*. 1710(1): 030022 (2016).
- Wijayanti, A., Susatyo, E. B., Kurniawan, C. and Sukarjo, D. 2018. Adsorpsi Logam Cr(VI) dan Cu(II) pada Tanah dan Pengaruh Penambahan Pupuk Organik. *Indonesian Journal of Chemical Science*. 7(3): 242-248.
- Yuningsih, L. M., Mulyadi, D. and Kurnia, A. J. 2016. Pengaruh Aktivasi Arang Aktif Dari Tongkol Jagung dan Tempurung Kelapa Terhadap Luas Permukaan Dan Daya Jerap Iodin. *Jurnal Kimia Valensi*. 2(1): 30–34.