



Jurnal Sains Terapan

Wahana informasi dan alih teknologi pertanian

Volume 4 Nomor 2 Desember 2014

Aplikasi Probiotik *Bacillus* NP5 Bentuk Segar dan Mikro kapsul untuk Pencegahan Infeksi *Aeromonas hydrophilla* pada Ikan Mas (*Cyprinus carpio*)
Widanarni, Alit Brilliant, Sukenda

Karakteristik Asam Resin Kopal *Agathis loranthifolia* Sukabumi
Ika Resmeiliana, Kurnia Sofyan, Suminar S. Achmadi

Invigorasi dan Pengaruhnya terhadap Pertumbuhan Bibit Iles-iles (*Amorphophallus muelleri* Blume)
Edy Santoso, Anas D. Susila, Adolf Pieter Lontoh

Dispersi Polutan Karbon Monoksida di Sekitar Pintu Tol Baranangsiang Bogor
Yudith Vega

Verifikasi Metode Uji Arsen dalam Contoh Mainan Anak dengan Spektrofotometer Serapan Atom Generator Uap Hidrida
Fahrizal Hazra, Susanti Pratiwi P., Suri Mulyani S.

Analisis Efisiensi Teknis pada Usaha Peternakan Sapi Perah Rakyat di Kecamatan Lembang
Anggraeni Efrika C., Bagus P. Purwanto, Suryahadi

Nilai Tambah pada Tindakan Pascapanen Curing, Pengeringan Askip dan Penyimpanan Bawang Merah Tingkat Petani (Studi Kasus Kabupaten Cirebon)
Sazli Tuter Risyahadi, Emmy Darmawati, Y. Aris Purwanto

Pengaruh Kualitas Produk Sayuran Organik terhadap Kepuasan Konsumen dalam Membentuk Loyalitas Pelanggan
Nurul Hidayati, Ma'mun Sarma, Muhammad Syamsun

Peran *Knowledge Management* dan *Organizational Learning* terhadap Inovasi Produk pada Usaha Kecil Menengah Olahan Pangan di Bogor
Irwan Siswanto, M. Syamsul Maarif, Mukhamad Najib

JURNAL SAINS TERAPAN merupakan forum komunikasi teknologi pertanian antara peneliti dengan petani, pengusaha dan penentu kebijakan. Artikel-artikel yang disajikan dalam **JURNAL SAINS TERAPAN** merupakan hasil penelitian yang diharapkan dapat dikembangkan menjadi paket teknologi yang tepat guna dan komersial.

Penanggungjawab :

Direktur Program Diploma IPB

Pemimpin Redaksi :

M.A. Chozin

Redaktur Pelaksana

Wawan Oktariza

Dewan Redaksi

Suwarno

D Iwan Riswandi

Irmansyah

Staf Redaksi

Budi

Wien Kuntari

Ira Resmayasari

Pemasaran/Periklanan/Distribusi

Eko Prasetyo

Agus Ridwan

Alamat Redaksi

Program Diploma IPB

Kampus IPB Cilibende, Jl. Kumbang No. 14 Bogor

Telepon 0251-8329101, 8329051

Fax 0251-8329101

email : jurnaldiploma@ipb.ac.id

Daftar Isi

Aplikasi Probiotik *Bacillus* NP5 Bentuk Segar dan Mikrokapsul untuk Pencegahan Infeksi *Aeromonas hydrophilla* pada Ikan Mas (*Cyprinus carpio*)

Widanarni, Alit Brilliant, Sukenda (1 – 12)

Karakteristik Asam Resin Kopal *Agathis loranthifolia* Sukabumi
Ika Resmeiliana, Kurnia Sofyan dan Suminar S. Achmadi (13– 17)

Invigorasi dan Pengaruhnya terhadap Pertumbuhan Bibit Iles-iles
(*Amorphophallus muelleri* Blume)

Edy Santoso, Anas D. susila, Adolf Pieter Lontoh (18 – 26)

Dispersi Polutan Karbon Monoksida di Sekitar Pintu Tol Baranangsiang Bogor

Yudith Vega (27 – 35)

Verifikasi Metode Uji Arsen dalam Contoh Mainan Anak dengan Spektrofotometer Serapan Atom Generator Uap Hidrida

Fahrizal Hazra, Susanti Pratiwi P. dan Suri Mulyani S (36 – 45)

Analisis Efisiensi Teknis pada Usaha Peternakan Sapi Perah Rakyat di Kecamatan Lembang

Anggraeni Efrika C., Bagus P. Purwanto dan Suryahadi (46 – 56)

Nilai Tambah pada Tindakan Pascapanen Curing, Pengeringan Askip dan Penyimpanan Bawang Merah Tingkat Petani (Studi Kasus Kabupaten Cirebon)

Sazli Tutur Risyahadi, Emmy Darmawati, Y. Aris Purwanto (57 – 67)

Pengaruh Kualitas Produk Sayuran Organik terhadap Kepuasan Konsumen dalam Membentuk Loyalitas Pelanggan

Nurul Hidayati, Ma'mun Sarma, Muhammad Syamsun (68 – 83)

Peran *Knowledge Management* dan *Organizational Learning* terhadap Inovasi Produk pada Usaha Kecil Menengah Olahan Pangan di Bogor

Irwan Siswanto, M. Syamsul Maarif, Mukhamad Najib (84 – 94)

Verifikasi Metode Uji Arsen dalam Contoh Mainan Anak dengan Spektrofotometer Serapan Atom Generator Uap Hidrida
Method verification of Assay Arsenic in Toy Sample with Absorption Atomic Spectrophotometer Hydrid Vapor Generator

¹Fahrizal Hazra, ²Susanti Pratiwi Purnama dan ³Suri Mulyani Sari

¹Departemen Ilmu Tanah dan Sumberdaya Lahan, Fakultas Pertanian IPB, Bogor, fhazra2011@yahoo.com

²Alumni Program Keahlian Analisis Kimia, Program Diploma IPB, Bogor susantipratiwijaya@gmail.com

³Balai Besar Kimia dan Kemasan, Jakarta Timur, surimulyani.s@gmail.com

Diterima/disetujui : 28 Nopember 2014/ 07 Desember 2014

ABSTRACT

The safety of toys as one of important factors needs to be considered. It can be seen from the presence of heavy metals such as arsenic (As). The analysis of heavy metal arsenic in children's toys can use the verified SNI ISO 8124-3: 2010 method. Verification activities are needed to verify that the laboratory is able to perform a test which is using such method, and the results are valid. Parameters used in this verification were linearity, limit of detection (LOD), limit of quantitation (LOQ), precision, and accuracy. Based on the verification result of Assay Arsenic in toys with Atomic Absorption Spectrophotometer Hydrid Vapor Generator (HVG), good linearity had a correlation coefficient (r) of 0.9993. The limit of detection (LOD) and limit of quantitation (LOQ) obtained was 0.0113 mg/Kg and 0.0375 mg/Kg. The precision had a value of relative standard deviation (%RSD) of 3.39%. The accuracy had a recovery value of 97.66%. The experimental results showed that the Assay Arsenic in Toys with Atomic Absorption Spectrophotometer Hydrid Vapor Generator (HVG) can be used as routine analysis.

Keywords: *arsenic, atomic absorption spectrophotometer, hydrid vapor generator, verification*

PENDAHULUAN

Keamanan mainan anak merupakan hal yang penting untuk diketahui, karena sering kali dalam mainan anak terdapat unsur logam yang tidak diinginkan. Unsur logam tersebut dapat membahayakan kesehatan jika tertelan secara tidak sengaja atau pun dengan sengaja. Mainan anak yang diambil sebagai contoh merupakan mainan yang sering digunakan oleh anak usia di bawah 4 tahun, sehingga ada kemungkinan adanya logam yang masuk secara tidak sengaja karena mainan anak tersebut dapat digigit atau dimasukkan ke dalam mulut.

Unsur-unsur logam yang terdapat dalam mainan anak salah satunya adalah unsur logam arsen (As) yang dapat berasal dari bahan baku yang digunakan untuk pembuatan mainan anak itu sendiri. Sehingga perlu adanya uji logam arsen (As) dalam mainan anak menggunakan metode yang perlu

diverifikasi terlebih dahulu. Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK) membangun Laboratorium Instrument yang merupakan bagian dari laboratorium uji yang terakreditasi oleh Komite Akreditasi Nasional (KAN). BBKK merupakan balai penelitian di bawah pengawasan Kementerian Perindustrian. Balai ini memiliki tugas dan tanggung jawab untuk melaksanakan penelitian, pengembangan, dan pengujian terhadap bahan produk termasuk mainan anak.

Arsen atau arsenik adalah unsur kimia pada tabel periodik yang memiliki simbol As dan nomor atom 33. Arsen merupakan metal yang mudah patah, berwarna keperakan dan sangat toksik. Arsen memiliki titik didih $615\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan titik lebur $817\text{ }^{\circ}\text{C}$, zat dasar arsenik ditemukan dalam dua bentuk padat yang berwarna kuning dan metalik, dengan berat jenis 5.72 g mL^{-1} (MSDS 2013). Arsen merupakan logam toksik yang sering diklasifikasikan sebagai logam, tetapi lebih bersifat nonlogam. Tidak seperti logam lain yang membentuk kation, arsen di alam berbentuk anion, seperti H_2AsO_4 (Ismunandar 2004). Arsen sering digunakan sebagai pengganti dalam berbagai reaksi biokimia dan juga beracun. Ketika dipanaskan, arsen akan cepat teroksidasi menjadi arsen oksida, yang berbau seperti bau bawang putih. Arsen dan beberapa senyawa arsen juga dapat langsung tersublimasi, berubah dari padat menjadi gas tanpa menjadi fase cair terlebih dahulu.

Arsen dapat ditemukan dari sumber alami, industri, dan pertanian. Arsen juga dapat ditemukan dalam bijih tambang berbagai logam seperti emas, timbal, tembaga, timah, dan zink. Arsen dalam kerak bumi terdapat pada konsentrasi rata-rata 2 sampai 5 ppm. Pembakaran bahan bakar fosil terutama batubara, menghasilkan sejumlah As_2O_3 ke lingkungan dan sebagian besar akan masuk ke dalam perairan, arsen terdapat di alam bersama-sama dengan mineral fosfat dan dilepaskan ke lingkungan bersama dengan senyawa fosfor (Achman 2004).

Arsen (As, sering disebut arsenik) merupakan unsur kimia beracun. Sebagian besar arsen di alam merupakan bentuk senyawa dasar yang berupa substansi anorganik. Arsen anorganik dapat larut dalam air atau berbentuk gas dan dapat terpapar pada manusia. Arsen termasuk ke dalam logam berat yang membahayakan bagi manusia. Pengaruh paparan arsen bisa secara akut maupun kronis. Dampak secara akut misalnya mual, muntah, hingga diare, sedangkan secara kronis dapat menyebabkan kanker paru-paru, kanker hati, dan kanker kulit (Nurhayati 2009). Arsen yang dapat larut dalam air, membahayakan tubuh manusia jika terpapar karena sebagian besar tubuh manusia tersusun atas air. Untuk melindungi dan menjaga kesehatan konsumen serta menjamin mutu produk maka ditetapkan persyaratan mutu kandungan logam di dalam Standar Nasional Indonesia (SNI).

Salah satu parameter dalam keamanan mainan anak yaitu migrasi logam arsen (As). Cara uji logam arsen (As) pada mainan anak yang dilakukan sesuai dengan SNI ISO 8124-3:2010 yaitu menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom Generator Uap Hidrida. Suatu laboratorium yang terakreditasi harus menjamin mutu hasil uji dari metode yang digunakannya, sehingga laboratorium perlu melakukan kegiatan verifikasi termasuk Laboratorium Instrument BBKK yang sudah terakreditasi.

Tujuan

Tujuan dari penelitian ini adalah memverifikasi metode uji arsen dalam contoh mainan anak dengan Spektrofotometer Serapan Atom Generator Uap Hidrid.

METODOLOGI

Bahan dan alat

Bahan-bahan yang digunakan yaitu standar baku arsen (As) 1000 mg/L, standar arsen 500 µg/L, standar arsen 10 µg/L, contoh mainan anak, akuades, akuabides, HCl 37%, HCl 8 M, HCl 5 M, HCl 2 M, KI 20%, NaBH₄, NaOH, gas asetilen, gas argon, *aluminium foil*, dan kertas saring Whatman No.42.

Alat-alat yang digunakan yaitu Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) Shimadzu A 7000 dengan komputer, Generator Uap Hidrida Shimadzu-1, oven, neraca analitik, *test tube*, labu takar 50 dan 100 mL, pipet volumetrik 0.5, 1.0, dan 2.0 mL, batang pengaduk, gelas piala 100, 250, dan 500 mL, sudip, cawan petri, corong, dan botol semprot.

Metode Analisis

Metode analisis yang dilakukan terdiri dari uji linearitas, batas deteksi, batas kuantitasi, presisi, dan akurasi. Uji arsen dalam contoh mainan anak ditentukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom Generator Uap Hidrida (Shimadzu 2008; Gaugliz dan Vo-Dish 2003). Contoh mainan anak berupa bola plastik yang diperoleh dari pasar. Bola mainan anak dipotong kecil-kecil dengan gunting sehingga dapat ditimbang. Bagian uji diambil dari bola mainan anak yang berwarna merah, biru, kuning, jingga, dan hijau. Bagian bola yang telah digunting, selanjutnya ditimbang dengan bobot contoh 1 g.

Uji Linearitas

Larutan deret standar dibuat dengan cara larutan standar As 500 µg/L dipipet sebanyak 0.1 mL, 0.5 mL, 1.0 mL, 1.5 mL, dan 2.0 mL ke dalam labu takar 50 mL untuk deret standar As dengan konsentrasi 1 µg/L, 5 µg/L, 10 µg/L, 15 µg/L, dan 20 µg/L secara berturut-turut. Sebelum deret standar As ditera dengan akuabides, larutan standar dari masing-masing konsentrasi ditambahkan 4 mL HCl 8 M dan 0.2 mL KI 20%, kemudian diamkan selama 15–30 menit. Setelah itu dapat dilakukan pengukuran.

Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Uji batas deteksi dan batas kuantitasi dilakukan 7 ulangan. Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 1.0022 g, 1.0009 g, 1.0028 g, 1.0069 g, 1.0000 g, 1.0007 g, dan 1.0009 g, secara berurutan. Sampel ditimbang dalam gelas piala 100 mL, dan ditambahkan dengan pereaksi larutan HCl 0.007 M sebanyak 50 mL. Larutan dikocok selama 1 menit. pH dari masing-masing larutan sampel diperiksa. Larutan sampel ditetaskan HCl 2 M sampai pH dari masing-masing larutan sampel mencapai 1. Larutan sampel dalam gelas piala 100 mL ditutup

dengan alumunium foil dan dikocok secara terus-menerus selama 1 jam pada suhu 37 ± 2 °C. Larutan sampel didiamkan selama 1 jam pada suhu 37 ± 2 °C dengan oven. Larutan sampel disaring menggunakan kertas saring dengan ukuran membran filter 0.45 μm . Larutan hasil penyaringan selanjutnya dipindahkan kedalam *test tube* sebanyak 20 mL dengan konsentrasi masing-masing, selanjutnya ditambahkan larutan HCl 8 M sebanyak 2 mL dan larutan KI 20% sebanyak 0.1 mL. Larutan tersebut ditepatkan dengan masing-masing larutan sampel. Larutan sampel diukur absorbansinya dengan alat SSA Shimadzu A 7000 dan Shimadzu Generator uap hidrida.

Uji Akurasi dan Presisi

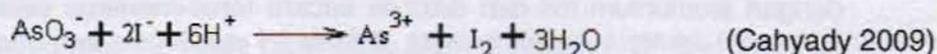
Uji akurasi dan presisi dilakukan dengan cara dibuat menjadi 7 ulangan. Masing-masing sampel untuk 7 kali ulangan ditimbang yaitu yaitu 1.0005 g, 1.0014 g, 1.0009 g, 1.0023 g, 1.0029 g, 1.0021 g, dan 1.0024 g, secara berurutan. Preparasi sampel selanjutnya sama seperti uji batas deteksi dan batas kuantitasi tetapi adanya penambahan larutan standar As sebanyak 1 mL (*spike* 10 $\mu\text{g/L}$) ke dalam larutan sampel setelah sampel ditimbang dan ditambahkan dengan pereaksi larutan HCl 0.007 M sebanyak 50 mL.

HASIL DAN PEMBAHASAN

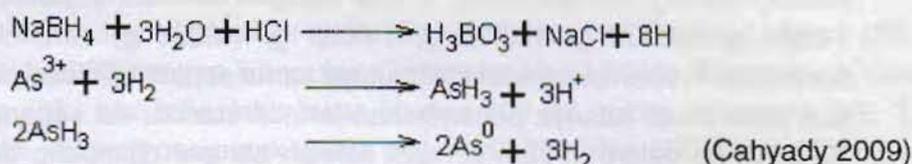
Verifikasi metode adalah suatu proses konfirmasi kembali melalui pengujian dan penyajian bukti yang objektif bahwa persyaratan tertentu untuk suatu maksud khusus yang harus dipenuhi. Verifikasi dilakukan terhadap suatu metode standar sebelum diterapkan di laboratorium pada semua metode standar (metode baku) atau metode yang telah di validasi pada waktu mula-mula digunakan dan jarak waktu tertentu secara berkala (Hermi 2004). Verifikasi metode bertujuan untuk memastikan bahwa analis dapat menerapkan metode analisis dengan baik dan menjamin mutu hasil uji. Verifikasi perlu dilakukan oleh suatu laboratorium analisis apabila terjadi penggantian instrumen atau metode standar baru yang digunakan untuk analisis rutin. Alat yang memiliki spesifikasi yang berbeda, biasanya akan memberikan hasil yang berbeda (Manik 2008).

Sampel dianalisis menggunakan contoh mainan anak yang diperoleh dari pasaran. Salah satunya ialah indikator logam berat yang dianalisis yaitu arsen. Metode yang digunakan dalam penentuan kadar logam arsen dalam contoh mainan anak ialah menggunakan SNI ISO 8124-3:2010 mengenai keamanan mainan anak dengan pengukurannya menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) generator uap hidrida. Uji arsen dalam contoh mainan anak dilakukan dengan penambahan pereaksi HCl 0.007 M, HCl 2 M dan berbagai perlakuan yang bertujuan untuk mengadaptasikan antara suhu oven dengan suhu tubuh, sehingga dapat dilihat bahwa pada suhu tersebut logam arsen mampu atau tidak bermigrasi ke dalam tubuh (SNI ISO 8124-3:2010).

Reaksi yang terjadi yaitu reduksi yang bertujuan mereduksi semua arsen yang terekstrak pada proses destruksi yang masih dalam bentuk arsen (V). As (V) akan diubah menjadi As (III) dengan bantuan pereaksi KI 20% dan pereaksi HCl 8 M pada suasana asam. Reaksi reduksi arsen (V) menjadi arsen (III) dapat dilihat sebagai berikut:



Proses pereduksi akan memudahkan proses pembentukan hidrida pada pengukuran dengan SSA generator uap hidrida. Menurut Cahyady (2009) pereaksi pereduksi saat pengukuran dengan generator uap hidrid yang digunakan untuk membuat uap hidrida yaitu natrium borohidrat (NaBH_4). Pereaksi ini dapat digunakan untuk unsur-unsur seperti As, Bi, Ge, Pb, Sb, Se, Te, dan Sn. Kelebihan pereaksi ini yaitu reaksi pembentukan uap hidrida hanya membutuhkan waktu yang singkat, dapat digunakan untuk analisis multi elemen yang mudah di atomisasi. Reaksi reduksi arsen (III) menjadi bentuk hidridanya dapat dilihat sebagai berikut:

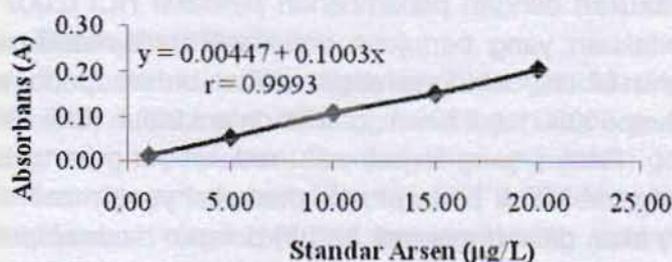


Larutan hasil pereduksi diukur dengan SSA generator uap hidrida pada panjang gelombang 193.7 nm. Lampu yang digunakan yaitu lampu HCL (*Hollow Cathode Lamp*). Penggunaan gas argon berfungsi sebagai gas pembawa hasil reduksi oleh NaBH_4 dari generator uap hidrid ke burner. Larutan pembawa yang digunakan pada alat generator uap hidrid yaitu HCl 5 M yang berfungsi untuk menjaga agar pH berkisar di suasana asam.

Parameter uji verifikasi metode yang digunakan diantaranya ialah linearitas, batas deteksi dan batas kuantitasi, presisi, serta akurasi.

Uji Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis untuk memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas dapat diperoleh dengan mengukur beberapa (minimal 5) konsentrasi standar yang berbeda antara 50-150% dari kadar analit dalam sampel kemudian data diproses dengan menggunakan regresi linear, sehingga dapat diperoleh nilai slop, intersep, dan koefisien korelasi (Harmita 2004). Pengujian linearitas pada uji logam arsen dalam contoh mainan anak yang dilakukan dengan menggunakan deret standar arsen. Kurva standar yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Kurva standar As menggunakan SSA generator uap hidrida

Persamaan linear yang diperoleh dari percobaan kurva kalibrasi larutan standar arsen yaitu $y = 0.00447 + 0.1003x$ dengan koefisien korelasi 0.9993 dan koefisien determinasinya (r^2) 0.9983. Idealnya nilai intersep (a) adalah nol. Nilai kemiringan yang semakin besar, maka metode pengujian tersebut memberikan nilai sensitifitas yang lebih tinggi atau respon instrumen yang cukup kuat terhadap perubahan analit (Hadi 2007).

Association of Official Analytical Chemist (AOAC) (2005) menetapkan bahwa suatu metode apabila menghasilkan nilai koefisien korelasi >0.9900 , maka hasil kurva yang diperoleh dapat dikatakan linear. Hal ini menunjukkan bahwa metode uji untuk kadar arsen dalam contoh mainan anak memberikan hasil yang linear karena memenuhi syarat keberterimaan nilai dari koefisien korelasi (r).

Uji Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Batas deteksi merupakan parameter uji batas. Batas kuantitasi adalah parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitasi terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita 2004).

Batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linear dari kurva kalibrasi. Batas deteksi dan batas kuantitasi merupakan parameter yang tepat digunakan untuk membandingkan dua atau lebih metode penentuan kadar suatu analit atau membandingkan satu metode untuk beberapa macam analit (Harmita 2004).

Pengujian batas deteksi dan batas kuantitasi dilakukan dilakukan dengan pengukuran sampel tanpa penambahan standar sebanyak 7 kali ulangan. Hasil pengukuran absorbansi sampel untuk pengujian batas deteksi dan batas kuantitasi yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Batas deteksi dan batas deteksi logam As dalam sampel mainan anak

Ulangan	Absorbansi	Bobot sampel (g)	Konsentrasi ($\mu\text{g/L}$)	Konsentrasi (mg/Kg)
1	0.0077	1.0022	0.3217	0.0161
2	0.0074	1.0009	0.2918	0.0146
3	0.0067	1.0028	0.2220	0.0111
4	0.0061	1.0069	0.1622	0.0082
5	0.0068	1.0000	0.2320	0.0116
6	0.0069	1.0007	0.2419	0.0121
7	0.0084	1.0009	0.3914	0.0196
Rerata			0.2661	0.0133
SB			0.0752	0.0038
Batas deteksi (mg/Kg)			0.2256	0.0113
Batas kuantitasi (mg/Kg)			0.7521	0.0375

Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh hasil batas deteksi penentuan arsen dalam sampel mainan anak sebesar 0.0113 mg/Kg. Berdasarkan SNI ISO

8124-3:2010 menyatakan bahwa nilai maksimum logam arsen dari bahan mainan yaitu sebesar 25 mg/Kg. Metode dianggap memadai apabila memiliki batas deteksi maksimum 1/10 dari nilai yang ditetapkan yaitu 25 mg/Kg. Hasil tersebut dapat diartikan sebagai hasil pengukuran sampel yang memiliki konsentrasi 0.0113 mg/Kg, maka dinyatakan metode yang digunakan telah memadai. Hasil batas kuantitasi diperoleh nilai sebesar 0.0375 mg/Kg, artinya untuk memperoleh data akurasi dan presisi yang ideal, konsentrasi minimal yang digunakan 0.0375 mg/Kg.

Uji Presisi

Presisi adalah kedekatan antara sekumpulan hasil analisis dan menggambarkan kesalahan acak sebuah metode. Presisi dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan adalah keseksamaan metode jika dilakukan berulang kali oleh analis, dan kondisi yang sama serta dalam interval waktu yang pendek. Nilai %SBR hasil pengukuran dibandingkan dengan nilai $2/3$ CV Horwitz. Ketertiruan adalah keseksamaan metode jika dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Biasanya analisis dilakukan dalam laboratorium yang berbeda menggunakan peralatan, pereaksi, pelarut, dan analis yang berbeda. Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi. Percobaan keseksamaan dilakukan terhadap paling sedikit 6 replika sampel dengan matriks yang homogen (Harmita 2004). Kriteria nilai %SBR dari presisi yang dapat diterima harus lebih kecil dari $2/3$ nilai Horwitz (Septyanita 2010).

Uji presisi dilakukan untuk melihat kedekatan antara hasil uji yang dilakukan secara berulang pada sampel pengujian dilakukan dengan metode keterulangan sehingga diperoleh ketepatan sistem dalam memberikan respon terhadap analit yang dideteksi. Uji presisi dilakukan berdasarkan keterulangan (*repeatability*) yang mengacu pada penggunaan prosedur analit dalam kondisi laboratorium, analis, dan peralatan yang diupayakan sama. Uji ini dilakukan dengan mengukur kadar arsen dalam contoh mainan anak sebanyak 7 kali ulangan. Nilai presisi dapat dinyatakan dalam Simpangan Baku (SB) dan %Simpangan Baku Relatif (%SBR). Menurut Harmita (2004) nilai %SBR < 2% termasuk ke dalam pengukurann yang teliti, namun sebagai syarat keberterimaan digunakan persamaan koefisien variasi (CV) Horwitz. Nilai SB kurang dari 1% berarti sangat teliti, diantara 1-2% berarti teliti, diantara 2-5% ketelitian sedang, jika lebih dari 5% berarti tidak teliti.

Hasil uji presisi yang dinyatakan dalam standar deviasi diperoleh sebesar 0.3409 µg/L, sedangkan hasil uji presisi berdasarkan nilai standar deviasi relatif ialah sebesar 3.39% dan nilai $2/3$ CV Horwitz sebesar 21.32%. Membandingkan nilai %SBR dan Horwitz akan mempertegas keterulangan dapat diterima. Pembuktian di atas dapat menerangkan bahwa metode tersebut mempunyai keterulangan yang baik sehingga memenuhi syarat untuk digunakan dalam laboratorium. Presisi juga dapat menggambarkan kesalahan dari analisis yang dapat disebabkan oleh adanya galat acak. Menurut Noerpitasari dan Arif (2012) kriteria presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau

koefisien variasi $\leq 2/3$ CV Horwitz yang diperoleh dari persamaan CV Horwitz = $2^{(1-0.5\log C)}$. Hasil uji presisi dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Presisi logam As dalam sampel mainan anak

Ulangan	konsentrasi (10 µg/L)
1	9.6318
2	9.7016
3	9.8412
4	10.0006
5	10.4093
6	10.0704
7	10.5289
Sampel tanpa <i>spike</i>	0.1921
Rerata	10.0263
SB	0.3409
%SBR	3.39
C	1.00263×10^{-8}
CV Horwitz	31.98
$2/3$ CV Horwitz	21.32

Uji Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali analit yang ditambahkan. Akurasi hasil analisis sangat tergantung kepada sebaran galat sistematis di dalam keseluruhan tahapan analisis. Oleh karena itu, untuk mencapai akurasi yang tinggi hanya dapat dilakukan dengan cara mengurangi galat sistematis tersebut seperti menggunakan peralatan yang telah dikalibrasi, menggunakan pereaksi dan pelarut yang baik, pengontrolan suhu, dan pelaksanaannya yang cermat (Harmita 2004). Metode analisis memiliki akurasi yang baik apabila menghasilkan kesalahan relatif sebesar 1% dan metode tersebut dikatakan akurat apabila menghasilkan kesalahan relatif antara 1-5%, sedangkan metode analisis yang memiliki akurasi rendah jika menghasilkan kesalahan relatif lebih besar dari 5% (Harvey 2000).

Keakuratan dan ketepatan suatu pengujian dapat dilakukan dengan melakukan uji akurasi. Metode penetapan akurasi pada verifikasi ini dilakukan dengan cara adisi standar. Teknik adisi standar pada prinsipnya mengevaluasi besar perolehan kembali sejumlah analit yang ditambahkan secara kuantitatif ke dalam matriks objek uji yang sesuai. Uji akurasi dilakukan dengan menambahkan standar arsen 10 µg/L ke dalam sampel mainan anak. Adanya interaksi antara matriks dengan analit yang ditambahkan dapat memberikan hasil ukur analit oleh metode menjadi lebih besar dari seharusnya dan kadar logam arsen yang diperoleh pada sampel yang ditambahkan *spike* lebih besar dibandingkan

dengan sampel tanpa penambahan *spike*. Hasil uji akurasi dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3 Akurasi logam As dalam sampel mainan anak

No	Bobot Sampel (g)	Kadar As ($\mu\text{g/L}$)		Absorbansi Sampel + Spike	Kadar As Sampel + Spike ($\mu\text{g/L}$)	%Perolehan kembali
		Sampel	Spike			
1	1.0005	0.2661	10.0000	0.1011	9.6318	93.82
2	1.0014	0.2661	10.0000	0.1018	9.7016	94.50
3	1.0009	0.2661	10.0000	0.1032	9.8412	95.86
4	1.0023	0.2661	10.0000	0.1048	10.0006	97.41
5	1.0029	0.2661	10.0000	0.1089	10.4093	101.39
6	1.0021	0.2661	10.0000	0.1055	10.0704	98.09
7	1.0024	0.2661	10.0000	0.1101	10.5289	102.56
Rata-rata						97.66

Hasil uji akurasi dari Tabel 3 diperoleh persentase perolehan kembali logam arsen sebesar 97.66%. Hasil uji akurasi yang dihasilkan masih memenuhi syarat keberterimaan. Hal ini menunjukkan bahwa hasil yang diperoleh sesuai dengan ketentuan yang harus dicapai yaitu metode dianggap valid apabila hasil perolehan kembali berada pada rentang 80-110% (Deptan 2006).

SIMPULAN

Berdasarkan hasil verifikasi metode uji logam arsen (As) dalam contoh mainan anak dengan Spektrofotometer Serapan Atom generator uap hidrida bahwa diperoleh linearitas yang baik dengan persamaan linier $y = 0.00447 + 0.1003x$ dan koefisien korelasi sebesar 0.9993. Nilai batas deteksi yang diperoleh yaitu sebesar 0.0113 mg/Kg dan nilai batas kuantitasi diperoleh sebesar 0.0375 mg/Kg. Metode ini memiliki presisi dengan ketelitian yang baik yaitu diperoleh nilai %SBR sebesar 3.39%. Akurasi yang diperoleh pada metode ini cukup baik dengan nilai %perolehan kembali sebesar 97.66%. Hasil percobaan menunjukkan bahwa uji arsen dalam contoh mainan anak dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) generator uap hidrida dapat digunakan sebagai analisis rutin di Laboratorium Instrument.

DAFTAR PUSTAKA

- Achman R. 2004. *Kimia Lingkungan*. Yogyakarta (ID): Andi [AOAC] *Assocoation of Official Analytical Chemist*. 2005. *Official Method of Analysis of The Association of Official Analytical of Chemist*. Arlington (US): The Association of Official Analytical of Chemist, Inc.
- Cahyady B. 2009. Studi Kesensitifan *Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)* Teknik *Vapour Hydride Generator Accessorics (VHGA)* dibandingkan

- dengan AAS *Flame* pada Analisis Unsur Arsen yang Terdapat dalam Air Minum [tesis]. Medan: Sekolah Pascasarjana Universitas Sumatera Utara.
- Departemen Pertanian. 2006. Penggunaan Pestisida secara Bijaksana. Jakarta (ID): Direktorat Jenderal Tanaman Pangan dan Holtikultura.
- Gaugliz dan Vo-Dish. 2003. *Handbook of Spectroscopy*. Weinheim (DE) . Wiley-VCH.
- Hadi A. 2007. *Pemahaman dan Penerapan ISO/IEC 17025:2005*. Jakarta (ID): PT Gamedia Pustaka.
- Harris D. 2007. *Quantitative Analysis, 7th Ed*. New York (US): WH Freeman.
- Harmita. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*: Vol 1 No.3.
- Harvey D. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. New York (US): McGaw-Hill
- Hermi T. 2004. *Validasi dan Verifikasi Metode Analisis*. Jakarta (ID): BPOM. [MSDS] *Material Safety Data Sheet*. 2013. *Arsenic*.
- Ismunandar. 2004. *Padatan Oksida Logam Struktur Sintesis dan Sifat-Sifatnya*. Bandung (ID): Institut Teknologi Bandung Press.
- Manik H. 2008. Verifikasi rendemen karaginan dengan ekstrak perlakuan alkali. *Bul. Tek. Lit. Akuakultur* 7(2): 149-152 [MSDS] *Material Safety Data Sheet*. 2013. *Arsenic*.
- Noerpitasari E dan Arif N. 2012. Validasi Metode Analisis Unsur Tanah Jarang (Ce, Eu, Tb) dengan Alat ICP-AES Plasma 40. *Seminar Nasional VIII SDM Teknologi Nuklir*. Yogyakarta.
- Nurhayati. 2009. Analisis kadar arsen (As) pada Kerang Bivalvia yang Berasal dari Laut Belawan [skripsi]. Medan: universitas Sumatera Utara.
- Septyanita D. 2010. Validasi metode penetapan kadar asam asetat dalam sediaan obat memanfaatkan sinar reflektan terukur dari bercak yang dihasilkan [skripsi]. Surakarta: Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Shimadzu. 2008. *Instruction Manual HVG-1 Hydride Vapor Generator*. Kyoto (JP): Shimadzu Corporation. [SNI] Standar Nasional Indonesia. 2010. SNI ISO 8124-3:2010. *Keamanan Mainan- Bagian 3:Migrasi Unsur Tertentu*. Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.