

**ANALISIS KADAR LOGAM BERAT
DALAM SAMPEL MAINAN ANAK JENIS PLASTIK MENGGUNAKAN
*INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS SPECTROMETRY (ICP-MS)***

(Skripsi)

Oleh

ANNISA SISI YANI



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

ABSTRAK

ANALISIS KADAR LOGAM BERAT DALAM SAMPEL MAINAN ANAK JENIS PLASTIK MENGGUNAKAN INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS SPECTROMETRY (ICP-MS)

Oleh

ANNISA SISI YANI

Pada penelitian ini telah dilakukan analisis kadar logam berat, validasi metode, serta estimasi ketidakpastian dengan variasi logam As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik menggunakan *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS). Tujuan dari penelitian ini untuk mengembangkan metode penentuan kadar logam berat dalam sampel mainan anak. Metode yang dilakukan pada penelitian ini dengan destruksi basah menggunakan pelarut HNO₃ sebagai alternatif pengganti HCl. Parameter validasi metode yang dilakukan meliputi linearitas, presisi, akurasi, *reproducibility*, batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ). Hasil penelitian menunjukkan bahwa HNO₃ 2% dapat dijadikan sebagai pelarut alternatif pengganti HCl 0,07 N untuk pengujian kadar logam berat Pb, Cd, As, Hg, Cr, Ba, Sb, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik serta diperoleh kadar masing-masing 8 logam berat yang telah diuji berada di bawah ambang batas yang ditetapkan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) ISO 8124-3:2010. Validasi metode pada penelitian ini menunjukkan hasil yang baik serta telah memenuhi syarat keberterimaan untuk setiap parameter yang diuji. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nilai ketidakpastian pengukuran logam Pb (0,05 mg/kg), logam Cd (0,06 mg/kg), logam As (0,06 mg/kg), logam Hg (0,04 mg/kg), logam Cr (0,01 mg/kg), logam Ba (0,02 mg/kg), logam Sb (0,01 mg/kg), dan logam Se (0,06 mg/kg). Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode yang digunakan dalam penelitian ini memenuhi persyaratan sehingga dapat digunakan untuk pengujian rutin di laboratorium.

Kata Kunci: Logam berat, mainan anak, validasi metode, ICP-MS

ABSTRACT

ANALYSIS OF HEAVY METAL CONTENTS IN THE SAMPLE OF CHILDREN'S TOYS TYPES OF PLASTIC ARE USED INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS SPECTROMETRY (ICP-MS)

By

ANNISA SISI YANI

In this research, heavy metal content analysis, method validation, and uncertainty estimation have been carried out with variations in the metals As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, and Se in samples of plastic children's toys using Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP- MS). The aim of this research is to develop a method for determining heavy metal levels in samples of children's toys. The method used in this research was wet digestion using HNO₃ solvent as an alternative to HCl. The method validation parameters carried out include linearity, precision, accuracy, reproducibility, limit of detection (LoD) and limit of quantification (LoQ). The results of the research show that 2% HNO₃ can be used as an alternative solvent to replace 0.07 N HCl for testing the levels of heavy metals Pb, Cd, As, Hg, Cr, Ba, Sb, and Se in samples of plastic children's toys and to obtain the respective levels. Each of the 8 heavy metals that have been tested are below the threshold set by the Indonesian National Standard (SNI) ISO 8124-3:2010. The validation method in this study showed good results and met the acceptance requirements for each parameter tested. The research results show that the measurement uncertainty values for Pb metal (0.05 mg/kg), Cd metal (0.06 mg/kg), As metal (0.06 mg/kg), Hg metal (0.04 mg/kg) , Cr metal (0.01 mg/kg), Ba metal (0.02 mg/kg), Sb metal (0.01 mg/kg), and Se metal (0.06 mg/kg). The research results show that the method used in this research meets the requirements so that it can be used for routine testing in the laboratory.

Keywords: Heavy metals, children's toys, method validation, ICP-MS

**ANALISIS KADAR LOGAM BERAT
DALAM SAMPEL MAINAN ANAK JENIS PLASTIK MENGGUNAKAN
*INDUCTIVELY COUPLED PLASMA MASS SPECTROMETRY (ICP-MS)***

Oleh

ANNISA SISI YANI

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2024**

Judul Skripsi

**: ANALISIS KADAR LOGAM BERAT DALAM
SAMPel MAINAN ANAK JENIS PLASTIK
MENGGUNAKAN *INDUCTIVELY COUPLED
PLASMA MASS SPECTROMETRY (ICP-MS)***

Nama Mahasiswa

: Annisa Sisi Yani

Nomor Pokok Mahasiswa

: 2017011069

Jurusan

: Kimia

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

**MENYETUJUI
Komisi Pembimbing**

Pembimbing 1

Pembimbing 2

Prof. Dr. Drs. Hardoko Insan Qudus, SU. Teguh Yudono Adhi, S.Si., MSE.
NIP. 196102031987031002 NIP. 198310062008011004

**Ketua Jurusan Kimia
FMIPA Universitas Lampung**

Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si.
NIP. 197205302000032000

MENGESAHKAN

1. **Tim Penguji**

Ketua

: **Prof. Dr. Drs. Hardoko Insan Qudus, SU.**

Sekretaris

: **Teguh Yudono Adhi, S.Si., MSE.**

Penguji Bukan
Pembimbing

: **Prof. Rudy T. Mangapul, S., M.Sc., Ph.D.**

2. **Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam**

Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si.
NIP. 197110012005011002

Tanggal Lulus Ujian Skripsi: 25 Juli 2024

SURAT PERNYATAAN

Yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Annisa Sisi Yani
Nomor Pokok Mahasiswa : 2017011069
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Menyatakan bahwa skripsi yang berjudul **“Analisis Kadar Logam Berat dalam Sampel Mainan Anak Jenis Plastik Menggunakan *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS)”** adalah benar hasil karya sendiri dan tidak pernah digunakan dan diterima sebagai syarat penyelesaian studi pada universitas lain. Saya tidak keberatan jika data dalam skripsi ini digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi sesuai dengan kesepakatan.

Bandar Lampung, 1 Agustus 2024
Yang Menyatakan



Annisa Sisi Yani
NPM. 2017011069

RIWAYAT HIDUP



Penulis bernama lengkap Annisa Sisi Yani dilahirkan di Kotabumi pada tanggal 26 Juli 2002. Penulis merupakan anak tunggal dari pasangan Bapak Akhyarianto dan Ibu Maryani. Penulis menyelesaikan pendidikan di SDN 4 Tanjung Aman pada tahun 2014, lalu melanjutkan di SMP Negeri 1 Kotabumi lulus pada tahun 2017, selanjutnya penulis melanjutkan pendidikan di SMA Negeri 3 Kotabumi

lulus pada tahun 2020. Pada tahun 2020, penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung melalui jalur Seleksi Bersama Masuk Perguruan Tinggi Negeri (SBMPTN).

Selama menjadi mahasiswa, penulis mengikuti berbagai aktivitas organisasi, dimulai dengan menjadi Kader Muda Himaki (KAMI) pada tahun 2020, kemudian terpilih menjadi anggota Biro Usaha Mandiri (BUM) Himpunan Mahasiswa Kimia (Himaki) FMIPA Unila periode 2021, menjadi anggota Koperasi Mahasiswa Universitas Lampung (Kopma Unila) pada tahun 2020, dan menjadi Staf Ahli Dinas Hubungan Internal dan Eksternal (HIE) Badan Eksekutif Mahasiswa (BEM) FMIPA Unila pada tahun 2022. Pada tahun 2023 penulis melaksanakan Praktik Kerja Lapangan (PKL) di PT Bukit Asam Unit Pelabuhan Tarahan Tbk. Pada tahun yang sama, penulis berkesempatan untuk mengikuti Program Kompetisi Kampus Merdeka (PKKM) BKP Riset di Balai Pengujian Mutu Barang (BPMB), Direktorat Standarisasi dan Pengendalian Mutu, Kementerian Perdagangan, Jakarta.

MOTTO

“Tidak ada kesuksesan tanpa kerja keras. Tidak ada keberhasilan tanpa kebersamaan. Dan tidak ada kemudahan tanpa doa.”

(Ridwan Kamil)

“Allah tidak membebani seseorang itu melainkan sesuai dengan kesanggupannya.”

(Q.S Al-Baqarah: 286)

“Sesungguhnya Allah tidak akan mengubah keadaan suatu kaum, sebelum mereka mengubah keadaan mereka sendiri.”

(Q.S Ar-Rad: 11)

“Aku sudah pernah merasakan semua kepahitan dalam hidup dan yang paling pahit ialah berharap dengan manusia.”

(Ali Bin Abi Thalib)

PERSEMBAHAN

Alhamdulillah Puji Syukur Atas Kehadirat Allah SWT yang Maha Pengasih dan Maha Penyayang

Dengan segala puji syukur kehadiran Allah SWT, kupersembahkan karya kecilku ini sebagai tanda buktiku kepada :

Kedua orang tuaku yang telah merawatku dengan penuh kasih sayang, yang selalu memberikan do'a – do'a terbaik, nasihat, dukungan.

Keluargaku yang selalu memberikan dukungan dan semangat.

Bapak Prof. Dr. Drs. Hardoko Insan Qudus, SU. Bapak Teguh Yudono Adhi, S.Si., MSE. dan Bapak Prof. Rudy T. Mangapul, S., M.Sc., Ph.D. Dosen yang telah membimbingku dalam mengerjakan penelitian dan tugas akhir.

Para ibu dan bapak dosen yang selama ini telah memberikan banyak ilmu pengetahuan, pelajaran, arahan, serta bimbingan.

Seluruh sahabat dan teman – teman yang selama ini telah memberikan banyak dukungan, bantuan dan motivasi kepadaku.

*Serta
Almamater yang tercinta
Universitas Lampung*

SANWACANA

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas limpahan rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan skripsi yang berjudul “**Analisis Kadar Logam Berat dalam Sampel Mainan Anak Jenis Plastik Menggunakan Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)**”. Skripsi ini adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lampung.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini tidak mungkin terselesaikan tanpa adanya bimbingan, dorongan, nasihat serta bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan terima kasih kepada :

1. Bapak Prof. Dr. Drs. Hardoko Insan Qudus, SU. selaku pembimbing I atas segala kebaikan, ilmu, motivasi, kritik, saran, kesabaran dan bimbingan sehingga penulis bisa menyelesaikan penelitian dan skripsi ini dengan baik.
2. Bapak Teguh Yudono Adhi, S.Si., MSE. selaku pembimbing II atas segala saran, nasehat, kesabaran, keikhlasan, bimbingan, dan ilmu yang bermanfaat kepada penulis dalam perencanaan dan penyelesaian penelitian serta skripsi ini.
3. Bapak Prof. Rudy T. Mangapul Situmeang, M.Sc., Ph.D. selaku pembahas penelitian yang telah memberikan arahan dan nasihat kepada penulis sehingga skripsi ini dapat terselesaikan.
4. Bapak Dr. Sonny Widiarto, S.Si., M.Sc. selaku pembimbing akademik, penulis mengucapkan terimakasih banyak atas bimbingan, perhatian, nasehat, motivasi, dan kesabaran dalam membimbing penulis terkait permasalahan akademik selama masa perkuliahan ini.
5. Ibu Dr. Mita Rilyanti, S.Si., M.Si. selaku ketua jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung.

6. Bapak Dr. Eng. Heri Satria, S.Si., M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam (FMIPA) Universitas Lampung.
7. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Kimia FMIPA Universitas Lampung yang telah memberikan ilmu dan pengalaman untuk menjadi lebih baik.
8. Seluruh staf administrasi dan pegawai di lingkungan Jurusan Kimia, Dekanat FMIPA, serta Universitas Lampung yang senantiasa membantu dalam sistem akademik, perkuliahan, penelitian, serta penyusunan skripsi sehingga dapat terselesaikan dengan baik.
9. Kepala dan seluruh karyawan Balai Pengujian Mutu Barang (BPMB), Direktorat Standarisasi dan Pengendalian Mutu, Kementerian Perdagangan, khususnya pada Laboratorium Kontaminan Kimia atas segala ilmu, bantuan, dan bimbingan yang diberikan.
10. Kedua orang tuaku, Bapak Akhyariantio (Alm) dan Ibu Maryani yang selalu ada setiap saat dari kecil hingga dewasa, memberikan kasih sayang dan dukungan doa selalu dalam menyusun skripsi.
11. Seluruh keluarga yang telah memberikan semangat dan bantuan tiada henti kepada penulis.
12. Teman dekat yaitu Fadillah Alfarizi yang telah menjadi teman yang baik dan banyak membantu penulis dalam menyelesaikan skripsi ini.
13. Teman-teman Kelompok Makan Siang atas kebersamaannya dari awal perkuliahan hingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
14. Teman seperbimbingan yaitu Fera, Tiara, dan Tasya.
15. Teman-teman seperjuangan kimia 2020 atas kebersamaannya dari awal perkuliahan hingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.
16. Almamater tercinta Universitas Lampung.
17. Kakak tingkat kimia yang telah memberikan semangat dan bantuan kepada penulis untuk menyelesaikan skripsi ini.
18. Serta pihak-pihak lain yang penulis tidak bisa sebutkan satu per satu atas segala bantuan dan motivasi sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna dan terdapat banyak kesalahan. Semoga Allah SWT membalas semua kebaikan, bantuan, dan doanya. Penulis juga berharap skripsi ini bisa bermanfaat bagi pembaca dan bisa digunakan dengan baik.

Bandar Lampung, 1 Agustus 2024
Penulis

Annisa Sisi Yani

DAFTAR ISI

Halaman

DAFTAR ISI.....	i
DAFTAR TABEL.....	iii
DAFTAR GAMBAR.....	vi
I. PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Tujuan Penelitian.....	4
1.3 Manfaat Penelitian.....	5
II. TINJAUAN PUSTAKA	6
2.1 Mainan Anak	6
2.2 Logam Berat	7
2.2.1 Timbal (Pb)	8
2.2.2 Kadmium (Cd).....	9
2.2.3 Merkuri (Hg)	10
2.2.4 Arsenik (As)	11
2.2.5 Kromium (Cr).....	11
2.2.6 Barium (Ba).....	13
2.2.7 Antimon (Sb).....	14
2.2.8 Selenium (Se)	15
2.3 <i>Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry</i> (ICP-MS).....	16
2.4 Asam Klorida (HCl)	17
2.5 Asam Nitrat (HNO ₃).....	17
2.6 Validasi Metode	18
2.6.1 Akurasi	18
2.6.2 Linieritas.....	19
2.6.3 Presisi	20
2.6.4 LoD (<i>Limit of Detection</i>) dan LoQ (<i>Limit of Quantification</i>)	21

2.7	Estimasi Ketidakpastian	21
2.7.1	Tahapan Identifikasi Nilai Estimasi Ketidakpastian Pengukuran	23
2.7.2	Diagram Tulang Ikan	23
2.7.3	Ketidakpastian Baku	24
2.7.4	Ketidakpastian Gabungan	25
2.7.5	Ketidakpastian Diperluas	26
III.	METODE PENELITIAN	27
3.1	Waktu dan Tempat	27
3.2	Alat dan Bahan	27
3.3	Prosedur Kerja.....	27
3.3.1	Preparasi dan Ekstraksi Sampel	27
3.3.2	Perbandingan Kadar Logam Berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se pada Mainan Anak Jenis Plastik.....	30
3.3.3	Pengujian Menggunakan ICP-MS Parameter Validasi (Uji Linearitas, Presisi, Akurasi, <i>Reproducibility</i> , LoD dan LoQ)	30
3.3.4	Ketidakpastian Pengukuran.....	32
3.3.5	Penentuan Kadar Logam Berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se pada Mainan Anak Jenis Plastik.....	33
IV.	HASIL DAN PEMBAHASAN.....	34
4.1	Preparasi Sampel	34
4.2	Pembuatan Kurva Kalibrasi.....	35
4.3	Perbandingan Kadar Logam Berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se pada mainan anak jenis plastik.....	37
4.4	Validasi Metode	41
4.4.1	Presisi	41
4.4.2	Akurasi	42
4.4.3	LoD (<i>Limit of Detection</i>) dan LoQ (<i>Limit of Quantification</i>)	43
4.5	Ketidakpastian Pengukuran.....	44
4.6	Penentuan Kadar Logam Berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se pada Mainan Anak Jenis Plastik	50
V.	SIMPULAN DAN SARAN	52
5.1	Simpulan.....	52
5.2	Saran.....	53
	DAFTAR PUSTAKA.....	54
	LAMPIRAN.....	59

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Sifat Fisik dan Kimia dari Timbal (Pb).....	8
2. Sifat Fisik dan Kimia dari Kadmium (Cd).....	9
3. Sifat Fisik dan Kimia dari Merkuri (Hg).....	10
4. Sifat Fisik dan Kimia dari Arsenik (As)	11
5. Sifat Fisik dan Kimia dari Kromium (Cr)	12
6. Sifat Fisik dan Kimia dari Barium (Ba)	13
7. Sifat Fisik dan Kimia dari Antimon (Sb)	14
8. Sifat Fisik dan Kimia dari Selenium (Se)	15
9. Kriteria Penerimaan Persen <i>Recovery</i>	19
10. Penambahan Masing-masing Deret Standar	29
11. Kondisi awal instrument ICP-MS	29
12. Hasil Kurva Kalibrasi Linieritas, <i>Slope</i> dan <i>Intercept</i>	36
13. Perbandingan Hasil Uji Logam Pb, Cd, dan As dengan HCl 0,07 N dan HNO ₃ 2%	38
14. Perbandingan Hasil Uji Logam Hg, Cr, dan Ba dengan HCl 0,07 N dan HNO ₃ 2%	39
15. Perbandingan Hasil Uji Logam Sb dan Se dengan HCl 0,07 N dan HNO ₃ 2%	39
16. Hasil uji-t berpasangan kadar logam berat dengan HCl 0,07 N dan HNO ₃ 2%	40
17. <i>Repeatability</i> Persen CV, CVH dan $\frac{2}{3}$ CVH	41
18. <i>Reproducibility</i> Persen CV, CVH dan $\frac{2}{3}$ CVH.....	42

19. Perhitungan Persen Perolehan Kembali (% <i>Recovery</i>)	43
20. Perhitungan Batas Deteksi (LoD) dan Batas Kuantifikasi (LoQ)	44
21. Nilai Hasil Estimasi Ketidakpastian.....	46
22. Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Pb	46
23. Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Cd	47
24. Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam As	47
25. Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Hg.....	47
26. Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Cr.....	48
27. Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Ba	48
28. Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Sb	48
29. Nilai Estimasi Ketidakpastian Logam Se	49
30. Persentase Kontribusi Ketidakpastian Pengujian.....	49
31. Hasil Pengukuran Kadar Logam Berat Pada Sampel A, B, C, D, dan E	50
32. Hasil Pengukuran Kadar Logam Berat Pada Sampel F, G, H, I, dan J	51
33. Hasil Pengukuran Kadar Logam Berat Pada Sampel K, L, dan M	51
34. Data Perhitungan Presisi dan Persen <i>Recovery</i> Logam Pb	66
35. Data Perhitungan Presisi dan Persen <i>Recovery</i> Logam Cr.....	67
36. Data Perhitungan Presisi dan Persen <i>Recovery</i> Logam Cd.....	67
37. Data Perhitungan Presisi dan Persen <i>Recovery</i> Logam Ba	68
38. Data Perhitungan Presisi dan Persen <i>Recovery</i> Logam As	69
39. Data Perhitungan Presisi dan Persen <i>Recovery</i> Logam Sb	69
40. Data Perhitungan Presisi dan Persen <i>Recovery</i> Logam Hg.....	70
41. Data Perhitungan Presisi dan Persen <i>Recovery</i> Logam Se.....	71
42. Data Perhitungan <i>Reproducibility</i> Logam Pb	72
43. Data Perhitungan <i>Reproducibility</i> Logam Cr.....	72
44. Data Perhitungan <i>Reproducibility</i> Logam Cd.....	73
45. Data Perhitungan <i>Reproducibility</i> Logam Ba	73

46. Data Perhitungan <i>Reproducibility</i> Logam As	74
47. Data Perhitungan <i>Reproducibility</i> Logam Sb	74
48. Data Perhitungan <i>Reproducibility</i> Logam Hg.....	75
49. Data Perhitungan <i>Reproducibility</i> Logam Se.....	75
50. Data Perhitungan LoD dan LoQ Logam Pb	76
51. Data Perhitungan LoD dan LoQ Logam Cr	76
52. Data Perhitungan LoD dan LoQ Logam Cd	77
53. Data Perhitungan LoD dan LoQ Logam Ba.....	77
54. Data Perhitungan LoD dan LoQ Logam As.....	78
55. Data Perhitungan LoD dan LoQ Logam Sb.....	78
56. Data Perhitungan LoD dan LoQ Logam Hg	79
57. Data Perhitungan LoD dan LoQ Logam Se	79
58. Hasil Pengukuran Kadar Logam Pb	82
59. Hasil Pengukuran Kadar Logam Cd	83
60. Hasil Pengukuran Kadar Logam As.....	84
61. Hasil Pengukuran Kadar Logam Hg	85
62. Hasil Pengukuran Kadar Logam Cr	86
63. Hasil Pengukuran Kadar Logam Ba.....	87
64. Hasil Pengukuran Kadar Logam Sb	88
65. Hasil Pengukuran Kadar Logam Se	89
66. Data Perhitungan uji-t berpasangan HCl 0,07 N dan HNO ₃ 2%.....	91

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Skema Tahapan Utama Proses ICP-MS (Irzon, 2010).	16
2. Diagram Tulang Ikan (Nuraini dan Hermawan, 2022).	24
3. (a) Proses penyaringan (b) Larutan sampel yang siap dianalisis	34
4. Pengujian kadar logam berat menggunakan ICP-MS	35
5. Warna sampel mainan anak yang digunakan	37
6. Diagram Tulang Ikan Sumber Ketidakpastian.	45
7. Kurva Kalibrasi Timbal (Pb).....	63
8. Kurva Kalibrasi Kadmium (Cd).....	63
9. Kurva Kalibrasi Arsenik (As)	63
10. Kurva Kalibrasi Merkuri (Hg)	64
11. Kurva Kalibrasi Kromium (Cr).....	64
12. Kurva Kalibrasi Barium (Ba).....	64
13. Kurva Kalibrasi Antimon (Sb).....	65
14. Kurva Kalibrasi Selenium (Se)	65
15. Kurva Perbandingan Kadar Timbal (Pb).....	97
16. Kurva Perbandingan Kadar Kadmium (Cd).....	97
17. Kurva Perbandingan Kadar Arsenik (As)	98
18. Kurva Perbandingan Kadar Merkuri (Hg)	98
19. Kurva Perbandingan Kadar Kromium (Cr).....	98
20. Kurva Perbandingan Kadar Barium (Ba).....	99

21. Kurva Perbandingan Kadar Antimon (Sb).....	99
22. Kurva Perbandingan Kadar Selenium (Se)	99

I. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Mainan termasuk salah satu hal yang paling diminati dan disukai oleh anak-anak. Mainan memiliki makna yang berbeda bagi anak-anak dari rentang usia yang berbeda, sehingga cara mereka mengekspresikannya pun beragam. Seorang anak di bawah usia tiga tahun dapat menangani mainan dengan cara yang sangat berbeda dari seorang anak berusia antara 3-6 tahun. Berbagai ragam mainan anak dimulai dari bentuk dan warnanya telah tersedia dan mudah dijangkau oleh masyarakat. Bentuk, bahan, dan desain pembuatan mainan anak telah berkembang seiring perubahan zaman. Beberapa bahan baku yang digunakan dalam pembuatan mainan mungkin mengandung logam berat secara alami. Saat ini, mainan plastik telah mendominasi pasar global karena kemampuannya yang mudah untuk dibentuk, ketersediaan, dan harga yang terjangkau. Mainan sering diberi lapisan cat untuk memberikan warna dan tampilan yang menarik perhatian anak-anak. Beberapa cat mengandung logam berat seperti timbal (Pb), merkuri (Hg), kadmium (Cd), dan kromium (Cr) yang dapat berbahaya bagi tubuh. Perilaku mengunyah, menjilat, dan menelan pada anak-anak termasuk sumber umum paparan logam beracun (Kamara *et al.*, 2023).

Logam berat termasuk salah satu zat kimia yang terkandung dalam mainan anak. Logam yang berpotensi beracun, seperti kadmium (Cd), kromium (Cr), dan timbal (Pb), dapat menimbulkan ancaman terhadap kesehatan anak serta perkembangan fisik dan intelektualnya. Paparan logam-logam ini dalam konsentrasi tinggi dapat menimbulkan dampak buruk bagi kesehatan, seperti peningkatan kolesterol darah, penurunan gula darah dan fungsi ginjal, pelunakan tulang, komplikasi gastrointestinal, dan kanker (Oyeyiola *et al.*, 2017).

Berbagai penelitian tentang kandungan logam beracun pada mainan anak telah dilakukan, misalnya penelitian Oyeyiola *et al.* (2017) yang menunjukkan bahwa mainan PVC dan non-PVC mengandung logam yang berpotensi beracun yang dapat berbahaya bagi kesehatan anak. Selain itu, penelitian Indrawijaya dkk. (2019) juga menunjukkan adanya kandungan logam berat As, Hg, Pb, dan Sb di dalam sampel mainan yang diuji. Penentuan kadar logam dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) atau metode *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS). Instrumen SSA menggunakan gas pembakar asetilen atau nitrogen dioksida dan lampu katoda berongga untuk setiap unsur yang diukur, sedangkan instrumen ICP-MS menggunakan plasma sebagai pengionisasi dan gas pembawa argon. ICP-MS dipilih karena memiliki batas deteksi yang rendah untuk hampir seluruh elemen, yaitu 0,1-10 ppb, selektifitas yang sangat tinggi, serta memiliki akurasi dan presisi yang baik, dan waktu pengukuran yang relatif singkat (Wilschefski *and* Baxter, 2019).

Untuk membatasi kandungan logam berat pada mainan anak Standar Nasional Indonesia (SNI) ISO 8124-3:2010 telah menetapkan batas maksimal yang terdapat pada mainan anak pada 8 jenis logam berat yaitu arsenik (As), antimonium (Sb), barium (Ba), kadmium (Cd), kromium (Cr), timbal (Pb), merkuri (Hg), dan selenium (Se). Batas maksimal kandungan logam pada mainan anak sebesar, arsenik 25 mg/kg, antimonium 60 mg/kg, barium 1000 mg/kg, kadmium 75 mg/kg, kromium 60 mg/kg, timbal 90 mg/kg, merkuri 60 mg/kg, dan selenium 500 mg/kg. Analisis logam berat pada mainan anak dilakukan dengan *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS) karena penerapan pada metode ini cukup sederhana, memiliki sensitivitas yang tinggi, serta dapat menganalisis multi unsur logam. ICP-MS beroperasi berdasarkan prinsip bahwa hanya atom logam terionisasi positif yang dapat dideteksi, dan atom yang bermuatan negatif atau bahkan tidak bermuatan sama sekali akan diabaikan (Agustina, 2020). Metode destruksi basah menggunakan asam merupakan salah satu cara untuk menentukan kadar logam berat dalam mainan anak. Destruksi basah merupakan perombakan sampel dengan asam-asam kuat baik tunggal maupun campuran, kemudian dioksidasi dengan menggunakan zat oksidator (Rodiana dkk., 2013).

Sesuai dengan SNI ISO 8124-3:2010 metode uji kandungan logam berat dalam sampel mainan anak dengan *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS) menggunakan destruksi basah dengan pelarut HCl *grade ultrapure*. Namun, untuk mengurangi ketergantungan penggunaan dan penyediaan HCl dalam uji kandungan logam berat pada sampel mainan anak, maka perlu dilakukan pengembangan metode dengan mengganti larutan asam lain yang dapat digunakan untuk destruksi basah. Tujuan dilakukan proses destruksi adalah untuk melarutkan atau mengubah sampel menjadi bentuk materi yang dapat diukur sehingga kandungan unsur-unsur di dalamnya dapat dianalisis. Menurut Raimon (1993) pelarut-pelarut yang dapat digunakan untuk destruksi basah antara lain asam klorida (HCl), asam nitrat (HNO_3), asam sulfat (H_2SO_4), dan asam perklorat (HClO_4).

Berbagai penelitian tentang penggunaan larutan HNO_3 dalam uji kandungan logam berat telah dilakukan, misalnya penelitian Silalahi dkk. (2022) yang menunjukkan bahwa destruksi basah dengan HNO_3 efektif pada uji logam Pb dan Hg dalam sampel tiram karena merupakan pelarut logam yang baik sehingga logam tersebut dapat larut karena teroksidasi oleh HNO_3 . Penelitian Herly (2015) menunjukkan bahwa destruksi basah dengan asam nitrat efektif dalam analisis logam As, Cd dan Pb dalam sampel minyak Sumbawa karena tidak bersifat eksplosif dan tidak membentuk garam yang sukar larut dalam air. Selain itu, Lestari dan Samsunar (2021) juga telah melakukan penelitian analisis logam Cr dalam sampel limbah tekstil menggunakan HNO_3 sebagai destruksi basah sehingga menghasilkan nilai % *recovery* yang mendekati nilai 100%.

Septiani dkk. (2018) mengemukakan bahwa pelarut asam nitrat (HNO_3) lebih efektif sebagai pelarut alternatif pengganti asam klorida (HCl) dalam melarutkan kerak serta lebih lambat dalam menyebabkan korosi dibandingkan dengan HCl sehingga dapat digunakan sebagai pelarut pada sampel yang berbahan dasar *stainless steel*. Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan pengembangan metode destruksi basah dengan pelarut HNO_3 *grade suprapur* sebagai alternatif pengganti HCl *grade ultrapure* untuk uji kandungan logam berat dalam sampel

mainan anak karena merupakan oksidator kuat yang dapat melarutkan logam dengan baik serta harganya yang relatif lebih murah.

Metode uji kandungan logam berat pada mainan anak dengan asam nitrat merupakan metode yang belum baku sehingga perlu dilakukan validasi metode. Validasi metode digunakan untuk membuktikan bahwa metode yang digunakan dalam suatu penelitian memenuhi persyaratan sehingga dapat dinyatakan bahwa data yang diperoleh selama penelitian merupakan hasil yang baik dan dapat dipercaya (Harmita, 2004). Sistem manajemen mutu standar Indonesia 17025 (SNI-17025) tahun 2017 mengharuskan laboratorium pengujian dalam menganalisis bahan menggunakan metode pengukuran yang valid.

Berdasarkan uraian di atas, maka pada penelitian ini dilakukan validasi metode pengujian logam berat dengan variasi logam As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se pada mainan anak jenis plastik menggunakan *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS) dengan pelarut HNO_3 *grade suprapur*. Variasi parameter validasi yang digunakan dalam penelitian ini adalah linearitas, presisi, akurasi, *reproducibility*, batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ) serta dilakukan juga penentuan ketidakpastian pengukuran untuk menjamin hasil analisis.

1.2 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Membandingkan hasil pengujian logam berat pada mainan anak jenis plastik menggunakan ICP-MS dengan pelarut HNO_3 *grade suprapur* dan HCl *grade ultrapure*.
2. Melakukan validasi metode uji kadar logam berat dengan variasi logam As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik menggunakan ICP-MS pada variasi parameter : linearitas, presisi, akurasi, *reproducibility*, batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ).
3. Menentukan kadar logam berat dengan variasi logam As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik menggunakan ICP-MS.

4. Menghitung ketidakpastian pengukuran metode uji kadar logam berat pada variasi logam As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik menggunakan ICP-MS.

1.3 Manfaat Penelitian

Manfaat dilakukannya penelitian ini adalah untuk memberikan informasi mengenai metode analisis ICP-MS pada penentuan kadar logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se menggunakan pelarut asam nitrat untuk mendestruksi sampel mainan anak jenis plastik yang telah divalidasi.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Mainan Anak

Seiring berkembangnya teknologi berdampak pula pada keanekaragaman jenis mainan anak yang tersedia. Beragam bentuk dan macam mainan anak, mulai dari yang kecil hingga yang besar, dan terlihat seperti benda-benda tajam, senjata, bahkan mainan listrik. Selain itu, mainan masa kini yang dimainkan anak-anak terbuat dari bahan kimia yang tidak ditemukan di alam (Oktavia dkk., 2023). Mainan murah di pasaran mungkin mengandung bahan kimia beracun yang dapat membuat anak-anak terpapar. Selain itu, dalam mainan yang mengandung zat kimia dapat memicu timbulnya kanker. Mainan dari pasar yang diatur dan tidak diatur mungkin mengandung unsur yang berpotensi beracun dalam jumlah di atas batas yang dapat diterima. Hal ini dapat menyebabkan paparan yang menyebabkan dampak buruk terhadap kesehatan. Aspek salah satunya yang harus diwaspadai adalah logam berat pada mainan anak, karena anak-anak pada dasarnya memiliki kecenderungan untuk memasukkan apa saja ke dalam mulutnya. Sehingga dapat menimbulkan keracunan apabila mainan tersebut masuk ke dalam pencernaan anak-anak (Guney *et al.*, 2020).

Berkaitan dengan keamanan, keselamatan, dan kesehatan mainan, pemerintah mengeluarkan Peraturan Menteri Perindustrian No. 24M-IND/PER/4/2013 tentang Pemberlakuan Standar Nasional Indonesia (SNI) Mainan Secara Wajib yang telah diubah menjadi Peraturan Menteri Perindustrian No. 55/M-IND/PER/11/2013 tentang Pemberlakuan Standar Nasional Indonesia (SNI) Mainan Secara Wajib. Peraturan ini dibuat untuk memastikan bahwa anak dan orang tua merasa aman, mengingat banyaknya mainan impor yang dijual secara bebas di Indonesia (Suprpto dan Kharisma, 2020).

Standar Nasional Indonesia (SNI) ISO 8124-3:2010 telah menetapkan batas kandungan logam pada mainan anak untuk 8 jenis logam berat yaitu arsenik (As) 25 mg/kg, antimon (Sb) 60 mg/kg, barium (Ba) 1.000 mg/kg, kadmium (Cd) 75 mg/kg, kromium (Cr) 60 mg/kg, timbal (Pb) 90 mg/kg, merkuri (Hg) 60 mg/kg, dan selenium (Se) 500 mg/kg (Badan Standar Nasional, 2010).

2.2 Logam Berat

Logam berat adalah unsur logam apa pun yang memiliki kepadatan tinggi secara proporsional dan beracun pada konsentrasi rendah. Istilah "logam berat" digunakan untuk menggambarkan logam yang mempunyai massa jenis lebih besar dari 5 g/cm^3 (Abdel-rahman, 2022). Logam berat merupakan salah satu polutan beracun yang dapat menyebabkan kematian (*lethal*), dan non-kematian (*sublethal*) seperti gangguan pertumbuhan, perilaku dan karakteristik morfologi berbagai organisme akuatik. Logam berat dapat masuk ke tubuh organisme perairan melalui insang, saluran pencernaan, permukaan tubuh, otot dan hati (Pratiwi, 2020).

Secara umum, logam berat tidak dapat terbiodegradasi di lingkungan alami dan dikategorikan dalam dua kelompok. Kelompok pertama adalah logam beracun, contohnya yaitu Pb, Cd dan As yang tidak diinginkan, tidak memiliki manfaat biologis bagi kesehatan manusia serta beracun pada konsentrasi berapa pun. Kelompok kedua adalah logam esensial, contohnya yaitu Cu, Zn, Mn, Fe, dan Ni yang diinginkan dan mempunyai manfaat biologis bagi kesehatan manusia pada konsentrasi rendah, namun menjadi toksik pada konsentrasi tinggi. Beberapa zat beracun seperti logam berat bersifat persisten, tidak termetabolisme, dan terikat secara permanen pada organ tubuh, seperti Pb di tulang dan Cd di ginjal (Abdel-rahman, 2022).

Logam berat masih termasuk golongan logam dengan kriteria- kriteria yang sama dengan logam - logam lain. Perbedaan terletak pada pengaruh yang dihasilkan bila logam berat ini masuk atau diberikan dalam ke dalam tubuh organisme hidup.

Karakteristik dari kelompok logam berat adalah sebagai berikut :

1. Memiliki spesifikasi gravitasi yang sangat besar (lebih dari 4)
2. Mempunyai respon biokimia yang khas (spesifik) pada organisme hidup
3. Mempunyai nomor atom 22-23 dan 40-50 serta unsur lantanida dan aktinida (Palar, 2008).

2.2.1 Timbal (Pb)

Timbal adalah logam lunak berwarna abu-abu keperakan yang ditemukan dalam bijih mineral galena yang terbuat dari timbal sulfida dan dapat dikombinasikan dengan tembaga, seng, dan perak. Paparan timbal dapat menyebabkan penyakit yang berdampak buruk pada tubuh manusia. Timbal memiliki karakteristik fisik dan kimia yang unik sehingga memiliki banyak kegunaan. Timbal mempengaruhi semua organ dan proses tubuh pada tingkat yang berbeda-beda. Logam ini diperkirakan tidak memiliki khasiat yang menguntungkan bagi tubuh manusia. Di sisi lain dapat membahayakan setiap sistem dalam tubuh manusia, khususnya sistem ginjal, saraf, reproduksi, dan hematopoietik (Arshad *and* Arif, 2022). Adapun sifat fisik dan kimia dari timbal dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Sifat Fisik dan Kimia dari Timbal (Pb)

Sifat fisik dan kimia timbal	
Nomor atom	82
Berat jenis	11,34 g/cm ³
Titik lebur	327,5°C
Titik didih	1740°C
Toksisitas	Tinggi
Tampakan	Putih kebiruan seperti perak atau berwarna abu-abu
Sifat	Memiliki sifat lentur, lunak, dan sangat rapuh.

(Palar, 2008).

Gejala keracunan timbal akut adalah sakit kepala, mudah tersinggung, sakit perut dan berbagai gejala yang berhubungan dengan sistem saraf. Pada anak-anak

mungkin akan terkena gangguan perilaku, kesulitan belajar dan konsentrasi. Orang yang terpapar timbal dalam waktu lama mungkin mengalami penurunan daya ingat, waktu reaksi yang lama, dan berkurangnya kemampuan untuk memahami. Dalam kasus yang tidak terlalu serius, tanda keracunan timbal yang paling jelas adalah gangguan sintesis hemoglobin, dan paparan timbal dalam jangka panjang dapat menyebabkan anemia. Paparan timbal yang akut diketahui menyebabkan kerusakan tubulus ginjal proksimal (Danielyan *and* Chailyan, 2019).

2.2.2 Kadmium (Cd)

Kadmium (Cd), pertama kali ditemukan sebagai pengotor seng karbonat, merupakan unsur golongan IIB dan dicirikan sebagai logam berat. Kadmium (Cd) merupakan logam berat beracun yang terakumulasi dalam sistem kehidupan. Kadmium adalah unsur langka dengan kelimpahan 0,15 mg/kg di kerak bumi dan kelimpahan $1,1 \times 10^{-4}$ mg/L di laut. Kadmium relatif tidak stabil, oleh karena itu biasanya terdapat di alam sebagai senyawa dengan sulfida seng. Mayoritas Cd digunakan untuk produksi baterai (83%), sedangkan sisanya digunakan untuk paduan, pelapis, pelapisan, dan penstabil plastik. Akibat penggunaannya yang luas dalam produk komersial dan aktivitas antropogenik, kadar Cd meningkat di lingkungan, tempat kerja, dan pasokan makanan (Zhang *and* Reynolds, 2019). Adapun sifat fisik dan kimia dari kadmium dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Sifat Fisik dan Kimia dari Kadmium (Cd)

Sifat fisik dan kimia kadmium	
Nomor atom	48
Bentuk	putih perak, lunak, dan mengkilap
Titik leleh	321°C
Titik didih	767°C
Toksisitas	Tinggi
Berat atom	112,4 g/mol
Sifat	Tahan panas dan tahan terhadap korosi

(Istarani dan Pandebesie, 2014).

Logam Cd termasuk ke dalam salah satu jenis logam berat yang berbahaya karena logam ini beresiko tinggi terhadap pembuluh darah. Kadmium berpengaruh terhadap manusia dalam jangka waktu panjang dan dapat terakumulasi pada tubuh khususnya hati dan ginjal. Maka karena itu, kebutuhan untuk memahami rute paparan dan toksisitas sangatlah penting (Dharmadewi *and* Wiadnyana, 2019).

2.2.3 Merkuri (Hg)

Merkuri (Hg) merupakan bagian dari logam dan merupakan unsur paling melimpah ke-66 di kerak bumi. Dahulu disebut *hydragyrum*, itulah sebabnya simbol kimianya adalah Hg. Logam Hg juga digunakan selama berabad-abad dalam pengobatan dan kosmetik pada saat toksisitasnya yang besar belum diketahui. Sampai saat ini, Hg masih belum teridentifikasi peran biologisnya dalam kehidupan organisme dan dianggap nonesensial, berbeda dengan logam lainnya. Menurut Organisasi Kesehatan Dunia (WHO), Hg termasuk di antara 10 senyawa yang paling memprihatinkan bagi kesehatan manusia. Selain itu, *Agency for Toxic Substances and Disease Registry* (ATSDR) menempatkan Hg pada posisi ketiga dalam daftar prioritas bahan berbahaya. Dalam jangka pendek untuk paparan Hg akut, gejala utamanya adalah masalah kulit, menyebabkan dermatitis, perubahan warna kuku, korosi pada selaput lendir, dan luka bakar korosif (Meyer *et al.*, 2023). Adapun sifat fisik dan kimia dari merkuri dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Sifat Fisik dan Kimia dari Merkuri (Hg)

Sifat fisik dan kimia merkuri	
Nomor atom	80
Bentuk	Cairan
Titik beku	-39 °C.
Titik didih	356,73 °C
Toksisitas	Tinggi
Kelarutan dalam air	Tidak larut
Volatilitas	Tinggi
Konduktor yang baik	Ya, karena memiliki ketahanan listrik yang rendah

(Effendi, 2003).

2.2.4 Arsenik (As)

Arsenik (As) merupakan logam berat dengan nama yang berasal dari kata Yunani *arsenikon* (artinya kuat). Karena arsenik adalah unsur karsinogenik non-logam non-esensial, terdapat di banyak lingkungan dan sangat beracun bagi semua bentuk kehidupan. Kerak bumi merupakan sumber alami arsenik (As) yang melimpah. Sekitar sepertiga dari As di atmosfer bumi berasal dari alam. Adapun sifat fisik dan kimia dari arsenik dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Sifat Fisik dan Kimia dari Arsenik (As)

Sifat fisik dan kimia arsen	
Nomor atom	33
Bentuk	Metal yang mudah patah, dan berwarna keperakan
Titik lebur	817°C
Titik didih	615°C
Toksistasitas	Tinggi
Berat jenis	5,72 g/mL-1
Sifat	Beracun

(Hazra dkk., 2014).

Arsenik sebagai karsinogen kuat dan diketahui menyebabkan kanker kulit, paru-paru, ginjal, kandung kemih, dan hati. Jika paparan terjadi dalam jangka waktu yang singkat, maka gejalanya mungkin termasuk muntah, sakit perut, ensefalopati, dan diare encer yang mengandung darah. Pada paparan jangka panjang dapat mengakibatkan penebalan kulit, kulit menjadi lebih gelap, sakit perut, diare, penyakit jantung, mati rasa dan kanker (Bhadauria, 2019).

2.2.5 Kromium (Cr)

Kromium adalah unsur ke-24 dalam tabel periodik dan simbolnya adalah Cr. Ditemukan pada tahun 1798 oleh LN Vauquelin. Cr termasuk logam transisi dan berat atom rata-ratanya adalah 52 g/mol. Kromium adalah unsur pertama dari golongan 6, logam berwarna abu-abu seperti baja, berkilau, keras dan rapuh.

Logam ini adalah unsur paling berlimpah kedua puluh satu di kerak bumi. Meskipun tidak bereaksi dengan air, tetapi dapat bereaksi dengan asam. Nama kromium berasal dari senyawanya yang memiliki banyak warna seperti hitam, hijau, biru, ungu, kuning, oranye dan merah. Oleh karena itu, telah digunakan dalam cat dan pigmen. Adapun sifat fisik dan kimia dari kromium dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5. Sifat Fisik dan Kimia dari Kromium (Cr)

Sifat fisik dan kimia kromium	
Nomor atom	24
Berat atom	51,9961 u
Jari-jari atom	130 pm
Konfigurasi electron	[Ar] 4s ¹ 3d ⁵
Titik lebur	1907 °C
Titik didih	2672 °C
Toksitas	Bervariasi
Panasnya fusi	21 KJ/mol
Panas penguapan	342 KJ/mol
Energi ionisasi pertama	652,4 KJ/mol
Energi ionisasi kedua	1590,6 KJ/mol
Energi ionisasi ketiga	2987 KJ/mol

(Genchi *et al.*, 2021).

Salah satu logam transisi yang penting adalah kromium (Cr). Sepuhan kromium (*chrome plating*) banyak digunakan pada peralatan sehari-hari, pada mobil dan sebagainya, karena lapisan kromium ini sangat indah, keras dan melindungi logam lain dari korosi. Kromium juga penting dalam paduan logam dan digunakan dalam pembuatan "*stainless steel*". Kromium (Cr) sendiri sebenarnya tidak toksik, tetapi senyawanya iritan dan korosif, menimbulkan ulcus yang dalam pada kulit dan selaput lendir. Sehingga Cr dapat menimbulkan kerusakan pada tulang hidung serta menimbulkan kanker di dalam paru-paru (Genchi *et al.*, 2021).

2.2.6 Barium (Ba)

Barium (Ba) adalah unsur alkali tanah yang sangat reaktif dan mudah teroksidasi sehingga pada suhu kamar bereaksi lambat dengan oksigen dan udara. Oleh karena sifat reaktivitasnya yang sangat tinggi, sehingga barium tidak ditemukan dalam keadaan murni di alam (Sugiyarto dan Suyanti, 2010). Adapun sifat fisik dan kimia dari barium dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Sifat Fisik dan Kimia dari Barium (Ba)

Sifat fisik dan kimia barium	
Nomor atom	56
Konfigurasi elektron	[Xe] 6s ²
Massa atom	137,327 u
Titik didih	1845°C
Toksisitas	Rendah
Warna	Putih keperakan
Titik lebur	727°C

(Charbonnier *et al.*, 2018).

Barium adalah unsur kelima pada golongan 2 dan merupakan logam alkali tanah yang lunak dan keperakan. Karena konfigurasi elektroniknya ([Xe] 6s²), bentuk umum Ba adalah Ba (0) dan Ba (II). Meskipun massa atomnya besar, Ba lebih melimpah di lingkungan dibandingkan unsur-unsur tetangganya, inilah yang disebut “Puncak Ba” disebabkan oleh “angka ajaib” nuklida atom Ba, yaitu nuklida dengan jumlah neutron yang sama dengan jumlah protonnya. Nuklida ini memiliki sifat yang stabil dan tidak mudah terurai menjadi unsur lain. Barium memiliki titik lebur yang relatif rendah dan sangat tahan api. Suhu kondensasi 50% barium adalah 1455K. Barium juga ditemukan dalam jumlah yang melimpah dalam inklusi tahan api dari meteorit. Di kerak benua bagian atas bumi, konsentrasi barium diperkirakan sekitar 600 ppm (Charbonnier *et al.*, 2018).

2.2.7 Antimon (Sb)

Antimon (Sb) merupakan unsur metaloid yang beracun dan berpotensi karsinogenik. Antimon (Sb) merupakan salah satu jenis metaloid yang banyak terdapat di alam, memiliki sifat toksisitas tinggi dan migrasi jarak jauh. Toksisitas Sb di lingkungan sangat bergantung pada spesiasinya. Dalam proses penambangan dan pengolahan antimon, akan dihasilkan limbah yang mengandung antimon, yang tidak hanya menyebabkan pencemaran lingkungan, tetapi juga menghasilkan toksisitas yang serius bagi organisme (Ge *et al.*, 2021). Adapun sifat fisik dan kimia dari barium dapat dilihat pada Tabel 7.

Tabel 7. Sifat Fisik dan Kimia dari Antimon (Sb)

Sifat fisik dan kimia antimon	
Nomor atom	51
Konfigurasi elektron	[Kr] 4d ¹⁰ 5s ² 5p ³
Warna	Stabil : biru-putih, tidak stabil : kuning dan hitam
Titik didih	1587°C
Toksisitas	Bervariasi
Wujud	Kristal padat yang rapuh
Titik lebur	630,63°C

(Periferakis *et al.*, 2022).

Antimon adalah metaloid dengan empatalotropi bentuk. Logam biru-putih adalah bentuk stabil, sedangkan logam kuning dan hitam adalah bentuk tak stabil. Antimon juga dimanfaatkan dalam bahan tahan api, cat, keramik, karet, dan elektronik. Manfaat yang paling penting dari antimon yaitu sebagai penguat timbal untuk baterai. Manfaat-manfaat lainnya sebagai campuran antigores, korek api, obat-obatan dan pipa. Antimon dan senyawa-senyawanya adalah toksik. Gejala akibat keracunan antimon serupa dengan keracunan arsen. Pada dosis rendah, antimon menyebabkan sakit kepala dan depresi. Pada dosis tinggi, antimon akan mengakibatkan kematian dalam beberapa hari (Purwamargapratala dkk., 2013).

2.2.8 Selenium (Se)

Selenium adalah unsur dengan nomor atom 34, memiliki sifat semi logam, serta berada dalam bentuk kimia yang beragam di alam. Selenium terdiri dalam 2 bentuk, yaitu dalam bentuk organik dan anorganik. Bentuk anorganik dari selenium adalah selenat dan selenit, sedangkan bentuk organiknya yaitu selenometionin dan selenosistein (Yunita dan Sumiwi, 2018). Adapun sifat fisik dan kimia dari selenium dapat dilihat pada Tabel 8.

Tabel 8. Sifat Fisik dan Kimia dari Selenium (Se)

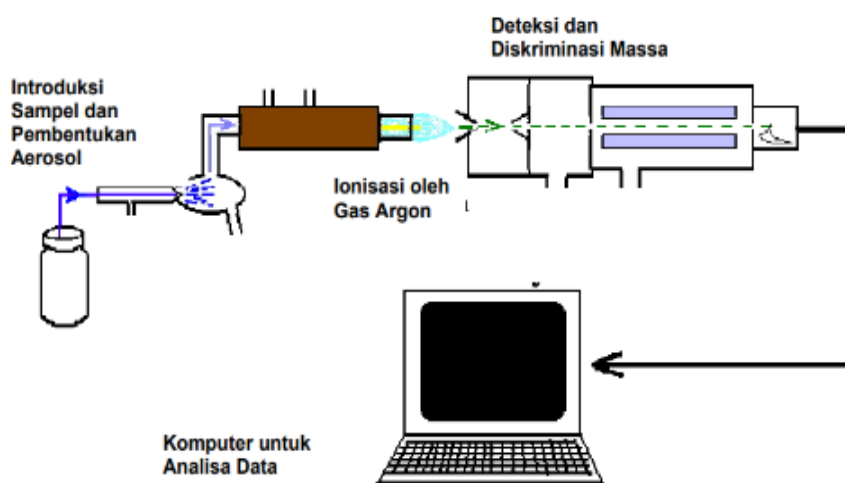
Sifat fisik dan kimia selenium	
Nomor atom	34
Konfigurasi elektron	[Ar] 3d ¹⁰ 4s ² 4p ⁴
Titik leleh	958K
Titik didih	494K
Toksisitas	Bergantung pada dosis dan bentuk kimianya
Wujud	Logam keperakan atau serbuk merah

(Kieliszek, 2021).

Selenium adalah unsur yang ada pada golongan 6 dalam tabel periodik. Sifat kimia dalam golongan ini berubah seiring waktu dengan bertambahnya massa atom unsur. Oksigen dan belerang merupakan tipikal non-logam, sedangkan selenium dan telurium dicirikan oleh sifat sementara dan disebut sebagai semi-logam. Selenium memiliki afinitas yang jauh lebih rendah terhadap oksigen dibandingkan belerang. Akibat pembakarannya, hanya dua oksida stabil yang terbentuk: SeO₂ dan SeO₃, yang dapat membentuk asam selenium (IV) dan (VI). Kedua asam tersebut menunjukkan sifat oksidasi yang kuat. Selenium dapat mengakibatkan gangguan pada kelenjar tiroid dan kesehatan jantung. Selenium menyerupai sulfur dalam sifat fisik dan kimia. Konsentrasi selenium dalam darah 19-25 mikrogram per 100 mililiter. Selenium menyebabkan kanker, leukemia limfositik, paru-paru, pencernaan, usus besar, kanker kulit, dan penyakit hodgkins (Kieliszek, 2021).

2.3 Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS)

Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) adalah ICP-MS adalah seperangkat alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi unsur dan isotop secara bersamaan yang terkandung dalam berbagai jenis cuplikan. Alat ini merupakan gabungan plasma (ICP = *Inductively Coupled Plasma*) sebagai sumber ionisasi dengan spektrometer massa (MS = *Mass Spectrometer*) sebagai pemilah dan pencacah ion (Rukihati dan Saryati, 2006).



Gambar 1. Skema Tahapan Utama Proses ICP-MS (Irzon, 2010).

Alasan ICP digunakan sebagai sumber ion dalam ICP-MS karena sebagaian besar unsur dapat diionisasi dengan efisien dalam ICP. Jika dibandingkan terhadap *Inductively Coupled Plasma-Emission Spectrometry* (ICP-ES), spektra massa lebih sederhana daripada spektra emisi optik. Kebanyakan unsur berat memperlihatkan ratusan garis emisi, tetapi unsur berat tersebut hanya mempunyai 1-10 spektrum massa yang berasal dari isotop alam. Terdapat dua keuntungan utama metode ICP-MS, pertama, spektra massa yang sederhana, yaitu 1-10 spektrum berasal dari isotop unsur yang ada di alam; kedua, gangguan antar unsur dapat diprediksi. Keuntungan lainnya, ICP-MS adalah metode analisis multi unsur, yaitu dalam waktu yang bersamaan lebih dari 30 unsur dapat ditentukan secara bersamaan, serta mempunyai batas penentuan limit deteksi yang rendah (dalam orde nanogram = 10^{-9} gram). Selain untuk penentuan unsur, ICP-MS juga digunakan untuk analisis isotop (Rukihati dan Saryati, 2006).

ICP-MS mempunyai prinsip bahwa atom-atom suatu logam yang diukur yaitu atom yang terionisasi positif sedangkan atom yang bermuatan negatif dan bahkan tidak memiliki muatan akan dibuang (Agustina, 2020).

2.4 Asam Klorida (HCl)

HCl adalah cairan kimia yang sangat korosif, berbau menyengat dan sangat iritatif dan beracun, larutan HCl termasuk bahan kimia berbahaya atau B3. Bahaya terhadap kesehatan tergantung pada konsentrasinya, < 5% bersifat iritan lemah, 5 – 10% bersifat iritan kuat, > 10 % bersifat korosif (Khasibudin dkk., 2019). Asam klorida adalah asam kuat yang paling tidak berbahaya dibandingkan dengan asam kuat lainnya karena mengandung ion klorida yang tidak reaktif dan tidak beracun. Asam klorida dalam konsentrasi menengah cukup stabil untuk disimpan dan terus mempertahankan konsentrasinya (Supiati dkk., 2013). Asam klorida adalah senyawa yang dapat mengklorinasi bahan-bahan hidrokarbon. Asam klorida (HCl) ini terurai dalam air dan mengeluarkan panas pada proses pelarutannya. Asam klorida larut didalam air pada tekanan atmosfer dan suhu kamar yaitu sebesar 42 % berat. Asam klorida (HCl) yang berperan sebagai aktivator bersifat higroskopis. HCl dapat melarutkan pengotor lebih besar, sehingga pori-pori yang terbentuk lebih banyak dan proses penyerapan menjadi lebih maksimal (Huda dkk., 2017).

2.5 Asam Nitrat (HNO₃)

Asam nitrat adalah cairan tidak berwarna hingga kuning atau merah yang terkadang mengeluarkan uap berwarna coklat kemerahan dengan bau yang menyengat digunakan di area yang luas. Asam nitrat dianggap sebagai salah satu asam anorganik terkuat dan salah satu bahan kimia penting dalam industri. Pemanfaatan asam nitrat melibatkan berbagai bidang seperti penggunaannya dalam industri pupuk. Selain itu, asam nitrat juga digunakan dalam pembentukan bahan kimia pertanian, penghambat korosi, zat antara, produk pengolahan air, produk perawatan pribadi, zat anti kerak, zat pengoksidasi, serta sebagai bahan

pelarut sebagian besar logam dan unsur kimia non logam. Secara umum, konsumsi dan produksi asam nitrat adalah sekitar 60%. Namun, asam nitrat pekat diperlukan untuk produksi bahan kimia seperti isosianat dan nitrobenzena, yang umumnya digunakan sebagai bahan awal dalam berbagai bahan kimia. Asam nitrat dianggap sebagai oksidator paling kuat yang bereaksi hebat terhadap banyak bahan organik. Oksidasinya bergantung pada konsentrasi asam, suhu dan zat pereduksi (Singh *and* Malhotra, 2020).

2.6 Validasi Metode

Validasi metode adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Metode yang dibuat atau yang digunakan harus divalidasi dengan cara dievaluasi dan diuji agar dapat memastikan bahwa metode tersebut mampu menghasilkan data yang valid dan sesuai dengan tujuan (Riyanto, 2017).

Parameter validasi metode analisis meliputi penentuan akurasi, presisi, batas deteksi, batas kuantifikasi, linearitas dan selektivitas. Validasi metode analisis juga diwajibkan oleh sebagian besar peraturan dan standar mutu yang berdampak pada laboratorium (Chavan *and* Desai, 2022).

2.6.1 Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit sebenarnya. Hasil analisis kimia yang telah dilakukan dengan ketelitian yang tinggi tidak selalu menunjukkan hasil yang sebenarnya. Perbedaan nilai tersebut merupakan kesalahan suatu analisis yang disebut dengan ketepatan atau akurasi (Riyanto, 2017). Ketepatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Hasil akurasi dinyatakan baik apabila diperoleh nilai dengan rentang 90 - 110% (Trisnawati dkk., 2021).

Recovery dapat ditentukan menggunakan persamaan berikut :

$$Recovery (\%) = \frac{\text{Konsentrasi terukur}}{\text{Konsentrasi standar}} \times 100\% \quad (1)$$

Kriteria penerimaan yang diperbolehkan untuk setiap konsentrasi analit pada matriks dapat dilihat pada Tabel 9.

Tabel 9. Kriteria Penerimaan Persen *Recovery*

Analit pada matriks sampel	Rata-rata yang diperoleh %
100%	98-102
> 10 %	98-102
> 1 %	97-103
> 0,1 %	95-105
0,01 %	90-107
0,001 %	90-107
1 ppm	80-110
100 ppb	80-110
10 ppb	60-115
1 ppb	40-120

(Harmita, 2004).

2.6.2 Linieritas

Linearitas suatu prosedur analitik adalah kemampuannya dalam rentang tertentu untuk memperoleh hasil pengujian yang berbanding lurus atau melalui transformasi matematis yang terdefinisi dengan baik terhadap konsentrasi jumlah analit dalam sampel. Pengujian linearitas adalah pengujian yang dilakukan untuk mengetahui kemampuan metode analisis dalam memberikan respon proporsional atau linear terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas dapat ditunjukkan secara langsung pada bahan uji dengan pengenceran larutan stok standar atau dengan menimbang secara terpisah campuran sintetik dari komponen produk uji. Persamaan regresi linier yang diterapkan pada hasil harus memiliki titik potong yang tidak berbeda nyata dari nol. Jika diperoleh *intercept* bukan nol yang signifikan, harus dibuktikan bahwa hal ini tidak berpengaruh pada keakuratan metode (Rambla-alegre *et al.*, 2012).

2.6.3 Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian pada hasil uji individual, diukur melalui hasil individual rata-rata jika prosedur ditetapkan secara berulang pada sampel yang diambil pada campuran homogen (Sahriawati dkk., 2020). Presisi mencerminkan kesalahan acak dari suatu hasil pengukuran. Kesalahan acak berasal dari pengaruh-pengaruh yang tidak dapat diperkirakan, bervariasi terhadap ruang, dan tidak permanen. Kesalahan acak sulit untuk dihindari, banyak berhubungan dengan instrumen ukur, peralatan contoh yang diukur, prosedur kerja, dan lingkungan (Harmita, 2004).

Penentuan presisi dapat dibagi menjadi tiga kategori yaitu (*repeatability*), presisi antara (*intermediate precision*) dan ketertiruan (*reproducibility*). Keterulangan (*repeatability*) merupakan ketepatan metode apabila dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi yang sama dan pada hari yang sama. Presisi antara (*intermediate precision*) merupakan bagian dari presisi yang dilakukan dalam laboratorium yang sama oleh analis, reagen, alat dan waktu yang berbeda. Ketertiruan (*reproducibility*) adalah ketepatan metode apabila dikerjakan pada kondisi yang berbeda. Kriteria ketepatan diberikan apabila metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang (Harmita, 2004). Menurut Sasongko dkk. (2017) nilai % RSD uji keterulangan hasil pengujian harus lebih kecil dari 2/3 CV Horwitz yang ditentukan dengan rumus :

$$\text{RSD (\%)} = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (2)$$

$$\text{CV Horwitz (\%)} = 2^{1 - 0,5 \log C} \times 100\% \quad (3)$$

$$\frac{2}{3} \text{ CV Horwitz (\%)} = \frac{2}{3} 2^{1 - 0,5 \log C} \times 100\% \quad (4)$$

Keterangan:

SD : Standar deviasi

$\bar{X}$: Rata-rata pengukuran

n : Rata-rata konsentrasi terukur

2.6.4 LoD (*Limit of Detection*) dan LoQ (*Limit of Quantification*)

Batas deteksi atau *Limit of Detection* (LoD) dari suatu prosedur analitik adalah jumlah terendah analit dalam suatu sampel yang dapat dideteksi tetapi belum tentu dapat dikuantifikasi sebagai nilai pasti, sedangkan batas kuantisasi atau *Limit of Quantification* (LoQ) adalah jumlah analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi yang sesuai. LoD adalah titik dimana nilai terukur lebih besar daripada ketidakpastian yang terkait dengannya, sedangkan LoQ adalah parameter pengujian kuantitatif untuk senyawa tingkat rendah dalam matriks sampel dan digunakan khususnya untuk penentuan pengotor atau produk degradasi. LoQ umumnya ditentukan dengan analisis sampel dengan konsentrasi analit yang diketahui dan dengan menetapkan tingkat minimum dimana analit dapat diukur dengan akurasi dan presisi yang dapat diterima. Untuk perhitungan LoD dan LoQ, pendekatan yang berbeda dapat digunakan seperti, inspeksi visual, standar deviasi (SD) dari respon dan sensitivitas dari kurva kalibrasi ($3.3(SD/S)$ untuk LoD dan $10(SD/S)$ untuk LoQ. SD respon dapat ditentukan berdasarkan SD blanko, SD sisa garis regresi, atau SD perpotongan y dari garis regresi), dan konvensi *rasio signal-to-noise* (biasanya 3:1 untuk LoD dan 10:1 untuk LoQ). *Rasio signal-to-noise* untuk LoQ adalah aturan praktis yang baik, namun harus diingat bahwa penentuannya adalah kompromi antara konsentrasi dan presisi serta akurasi yang diperlukan. Artinya, ketika tingkat konsentrasi LoQ menurun, presisi meningkat (Rambla-Alegre *et al.*, 2012).

2.7 Estimasi Ketidakpastian

Ketidakpastian (*Uncertainty*) adalah suatu parameter yang menyatakan kemungkinan terjadinya kesalahan dalam suatu pengujian atau tingkat keyakinan dari suatu pengujian yang dilakukan (Riyanto, 2014). Ketidakpastian adalah suatu parameter yang menetapkan rentang ukur atau kisaran yang didalamnya diperkirakan ada nilai benar atau kuantitas yang diukur (Febrina dan Silvia, 2018). Ketidakpastian merupakan salah satu bagian penting dari nilai acuan suatu bahan acuan bersertifikat. Adanya ketidakpastian pengukuran memberikan jaminan

kecocokan dari metode uji yang digunakan. Oleh karena itu, proses estimasi ketidakpastian yang tepat memberikan hasil pengukuran yang *reliable* (Elishian dkk., 2021). Menurut ISO/IEC 17025:2017 Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi, dalam standar diatur bahwa laboratorium wajib mempunyai dan menerapkan prosedur untuk mengestimasi ketidakpastian pengukuran. Tujuan dari estimasi ketidakpastian pengukuran adalah untuk melihat kehandalan hasil pengujian dengan menetapkan ketertelusuran dengan satuan internasional (Hafsah dkk., 2021).

Mengukur merupakan proses mengaitkan angka secara empirik dan objekif pada sifat-sifat objek atau kejadian, sehingga angka yang diperoleh dapat menggambarkan dengan jelas mengenai objek dan kejadian tersebut. Proses pengukuran adalah suatu proses yang meliputi spesifikasi besaran ukur, metode pengukuran, dan prosedur pengukuran. Hasil suatu pengukuran hanya suatu taksiran atau perkiraan dari nilai suatu pengukuran, karena pada kegiatan pengukuran terkandung kesalahan sistematis maupun kesalahan acak. Oleh karena itu, hasil pengukuran hanya lengkap apabila disertai dengan nilai ketidakpastian pengukuran. Ketidakpastian ditunjukkan dengan tanda rentang ($\pm$) atau parameter yang dihubungkan dengan hasil pengukuran yang mencirikan dispersi nilai yang beralasan untuk dicantumkan dalam nilai yang diukur (Sirigar dan Hendrayana, 2007). Terdapat dua kategori komponen ketidakpastian pengukuran yang digunakan untuk menaksirkan nilai numeriknya :

1. Tipe A yaitu ketidakpastian berdasarkan pekerjaan eksperimental dan dihitung dari rangkaian berulang.
2. Tipe B yaitu ketidakpastian berdasarkan informasi atau data yang dapat dipercaya, contoh : sertifikat kalibrasi dengan tingkat kepercayaan 95% menghasilkan faktor cakupan (k) adalah 2 (KAN, 2003).

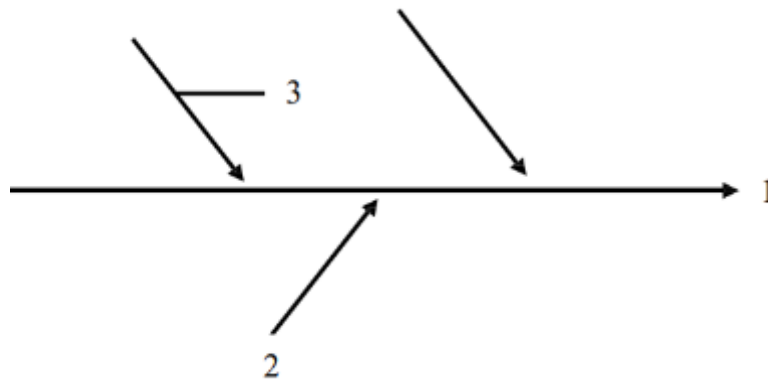
2.7.1 Tahapan Identifikasi Nilai Estimasi Ketidakpastian Pengukuran

Identifikasi nilai ketidakpastian dilakukan melalui beberapa tahapan. Tahapan tersebut meliputi :

1. Menyusun model alur pengujian dan menentukan formulasi rumus yang digunakan.
2. Mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian yang dapat memberikan kontribusi terhadap hasil akhir pengujian dalam bentuk diagram *cause effect* atau *fish bone*.
3. Estimasi masing-masing komponen ketidakpastian perhitungan.
4. Menghitung ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas (Kantasubrata, 2014).

2.7.2 Diagram Tulang Ikan

Diagram tulang ikan merupakan identifikasi sumber-sumber ketidakpastian dan daftar semua faktor yang dapat memberikan kontribusi kesalahan terhadap hasil akhir. Langkah awal dalam menghitung ketidakpastian sampel diawali dengan membuat diagram tulang ikan. Manfaat atau fungsi membuat diagram tulang ikan untuk mengetahui sumber-sumber ketidakpastian dari tiap tahapan pengukuran sampel. Langkah selanjutnya adalah menulis rumus sesuai sumber ketidakpastian pada grafik tulang ikan. Sumber ketidakpastian yang ada pada tulang ikan berkontribusi pada perhitungan ketidakpastian baku (μ) dan ketidakpastian gabungan dari ketidakpastian baku tersebut (Nuraini dan Hermawan, 2022).



Gambar 2. Diagram Tulang Ikan (Nuraini dan Hermawan, 2022).

2.7.3 Ketidakpastian Baku

Cara kerja untuk membuat ketidakpastian baku adalah sebagai berikut:

1. Mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian dari diagram tulang ikan.
2. Menghitung ketidakpastian pada masing-masing tulang dengan rumus sebagai berikut.
 - a) Penentuan nilai ketidakpastian baku

$$ESDM = \frac{SD}{\sqrt{n}} \quad (5)$$

Evaluasi tipe A dengan notasi μA dari suatu besaran yang ditentukan dari n pengukuran berulang yang saling bebas adalah nilai ESDM :

$$\mu A = ESDM \quad (6)$$

Keterangan :

ESDM : *Experimental standard deviation of mean*

μA = ketidakpastian baku evaluasi tipe A

b) Tipe B

Hitung ketidakpastian baku tipe B ini berdasarkan distribusi kejadiannya sebagai berikut :

- Distribusi Normal (*Gaussian Distribution*)

Distribusi Normal atau *Gaussian Distribution*, digunakan jika sumber ketidakpastian diambil dari sertifikat kalibrasi (a) yang ditetapkan pada tingkat kepercayaan 95%, maka :

$$\mu_B = \frac{a}{2} \quad (7)$$

- Distribusi Segi Empat (*Rectangular*)

Distribusi Segi Empat atau *Rectangular*, digunakan jika batas dapat ditentukan namun nilai besaran ukur tampak berada disemua tempat dalam rentang tersebut. Ketidakpastian baku diperoleh dengan membagi setengah rentang (a) dengan $\sqrt{3}$, yaitu $\mu = a/\sqrt{3}$

$$\mu_B = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (8)$$

- Distribusi Segi Tiga (*Triangular*)

Distribusi segitiga atau *triangular* digunakan jika, terdapat bukti bahwa nilai yang paling mungkin adalah nilai yang paling dekat dengan nilai rata-rata, lebih dekat dengan batas rentang, kemungkinannya berkurang menuju “0”. Ketidakpastian baku diperoleh dengan membagi setengah rentang (a) dengan $\sqrt{6}$, yaitu :

$$\mu_B = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (9)$$

- Distribusi bentuk -U (*U-shape*)

Ketidakpastian baku diperoleh dengan membagi setengah rentang (a) dengan $\sqrt{2}$ (Febrina dan Silvia, 2018).

$$\mu_B = \frac{a}{\sqrt{2}} \quad (10)$$

2.7.4 Ketidakpastian Gabungan

Perhitungan ketidakpastian gabungan (μ_C) semua ketidakpastian baku atau persamaan umum untuk menggabungkan nilai ketidakpastian baku dari komponen-komponennya menjadi ketidakpastian baku gabungan yaitu dijumlahkan, dikuadratkan dan ditarik akar pangkat dua dari jumlahnya. Untuk penjumlahan atau pengurangan, misal $Y = A + B$, maka perhitungan ketidakpastian gabungan (μ_C) (Sukirno dan Samin, 2011).

$$\mu_C^2 = \mu_B^2 + \mu_C^2 \quad (11)$$

atau

$$\mu_C = \sqrt{\mu_B^2 + \mu_C^2} \quad (12)$$

2.7.5 Ketidakpastian Diperluas

Ketidakpastian diperluas (U), untuk mendapatkan probabilitas yang memadai bahwa nilai hasil uji berada dalam rentang yang diberikan oleh ketidakpastian, maka ketidakpastian baku gabungan dikalikan dengan sebuah faktor pencakupan (k). Tingkat kepercayaan sekitar 95 % memberikan faktor pencakupan 2 ($k = 2$) untuk ketidakpastian diperluas (Sukirno dan Samin, 2011).

$$U = k \times \mu_C \quad (13)$$

III. METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada Januari-April 2024 di Laboratorium Kontaminan Kimia BPMB (Balai Pengujian Mutu Barang) yang bertempat di Jl. Raya Bogor Km.26 Ciracas, Jakarta Timur.

3.2 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry* (ICP-MS) Perkin Elmer DRC II, *Shaking water bath* GFL 1083, neraca analitik, erlenmeyer 50 mL, labu ukur 50 mL, labu ukur 1 L, mikropipet, kertas saring Whatman No. 42, corong, dan gelas piala.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel mainan anak, , larutan HCl 0,07 N *grade ultrapure*, larutan HNO₃ 2% *grade suprapur*, akuabides, dan larutan standar variasi 8 logam dengan masing-masing konsentrasi 0,01; 0,05; 0,1; 0,5; 1; 2,5; 5; 10; 25; 50; dan 100 ppb.

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Preparasi dan Ekstraksi Sampel

a. Pembuatan larutan HCl 0.07 N

Pembuatan larutan HCl 0,07 N dari larutan HCl 30% yaitu dipipet sebanyak 7,41 mL dimasukkan ke dalam labu takar 1 L, kemudian ditambahkan dengan akuabides hingga tanda batas dan larutan dihomogenkan.

b. Pembuatan larutan HNO_3 2%

Pembuatan larutan HNO_3 2% dibuat dari larutan HNO_3 65 % sebanyak 30,8 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 1 L, kemudian ditambahkan dengan akuabides hingga tanda batas dan larutan dihomogenkan.

c. Preparasi Sampel

1) Preparasi sampel dengan HCl 0,07 N

Sampel mainan anak dipotong kecil-kecil dan ditimbang sebanyak 1 gram, kemudian ditambahkan larutan HCl 0,07 N sebanyak 50 mL. Sampel dipanaskan selama 2 jam dengan suhu 37°C dengan *shaking water bath*. Setelah selesai, sampel disaring dengan kertas saring Whatman No. 42 dan ditampung dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan dengan HCl 0,07 N sampai tanda batas.

2) Preparasi sampel dengan HNO_3 2%

Sampel mainan anak dipotong kecil-kecil dan ditimbang sebanyak 1 gram, kemudian ditambahkan larutan HNO_3 2% sebanyak 50 mL. Sampel dipanaskan selama 2 jam dengan suhu 37°C dengan *shaking water bath*. Setelah selesai, sampel disaring dengan kertas saring Whatman No. 42 dan ditampung dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan dengan HNO_3 2% sampai tanda batas.

d. Pembuatan Deret Standar

Proses pembuatan deret standar harus dilakukan secara teliti dan cermat. Apabila terjadi kesalahan dalam proses pemipetan, akan berdampak pada linearitas kurva kalibrasinya. Kurva kalibrasi didapat dari hubungan antara variasi konsentrasi dengan luas area. Semakin linear kurva kalibrasi akan semakin baik jaminan mutu hasil uji atau penelitian.

Tabel 10. Penambahan Masing-masing Deret Standar

Konsentrasi deret standar (ppb)	Konsentrasi larutan stok	Total volume larutan yang dibuat (mL)	Volume yang ditambahkan (mL)
0,01	0,1 ppb	10	1
0,05	1 ppb	10	0,5
0,1	1 ppb	10	1
0,5	10 ppb	10	0,5
1	10 ppb	10	1
2,5	100 ppb	10	0,25
5	100 ppb	10	0,5
10	100 ppb	10	1
25	1 ppm	10	0,25
50	1 ppm	10	0,5
100	1 ppm	10	1

e. Preparasi Alat

Pada instrumen ICP-MS dibuat dalam kondisi awal yang dapat dilihat pada Tabel 11.

Tabel 11. Kondisi awal instrument ICP-MS

Parameter	Pengaturan
<i>Vacuum pressure</i>	$6,6 \times 10^{-7}$ torr
<i>Nebulizer gas flow (NEB)</i>	0,95 liter/menit
<i>ICP RF power</i>	1350 watts
<i>Lens voltage</i>	8 volts
<i>Analog stage voltage</i>	-1750 volts
<i>Pulse stage voltage</i>	900Lts

3.3.2 Perbandingan Kadar Logam Berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se pada Mainan Anak Jenis Plastik

Pada penelitian ini penentuan kadar logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se menggunakan 13 sampel dari satu rangkaian mainan anak jenis plastik yang dipisahkan berdasarkan perbedaan warnanya. Larutan standar variasi 8 logam dengan masing-masing konsentrasi 0,01; 0,0; 0,1; 0,5; 1; 2,5; 5; 10; 25; 50; dan 100 ppb dengan volume penambahan sesuai dengan Tabel 10. Masing-masing diinjeksikan ke dalam ICP-MS. Selanjutnya dibuat kurva hubungan konsentrasi standar logam terhadap intensitas. Persamaan regresi linear yang dihasilkan dalam kurva hubungan tersebut kemudian digunakan untuk analisis uji kadar logam. Larutan sampel dan *spike* kemudian diinjeksi ke dalam ICP-MS dan dihasilkan nilai intensitas. Nilai intensitas ini digunakan untuk menghitung kadar logam menggunakan persamaan regresi linear dari kurva standar logam. Kadar dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik dapat ditentukan menggunakan Persamaan 14. Selanjutnya dilakukan uji-t berpasangan (*paired t-test*) untuk membandingkan kadar dari masing-masing logam berat yang menggunakan pelarut HCl 0,07 N dan HNO₃ 2%.

3.3.3 Pengujian Menggunakan ICP-MS Parameter Validasi (Uji Linearitas, Presisi, Akurasi, *Reproducibility*, LoD dan LoQ)

Validasi metode analisis terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya. Uji validasi metode pada penelitian ini meliputi variasi parameter : linearitas, presisi, akurasi, *reproducibility*, batas deteksi (LoD) dan batas kuantifikasi (LoQ).

a. Liniearitas

Larutan standar variasi 8 logam dengan masing-masing konsentrasi 0,01; 0,05; 0,1; 0,5; 1; 2,5; 5; 10; 25; 50; dan 100 ppb diinjeksikan berturut-turut ke dalam ICP-MS. Data hasil analisis tersebut diolah, kemudian dibuat kurva hubungan

konsentrasi standar logam terhadap intensitas, sehingga diperoleh kurva dan persamaan garis serta nilai regresi dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik.

b. Presisi (Ketelitian)

Pada uji presisi dilakukan dengan teknik *repeatability*, dilakukan dengan 7 kali pengulangan dengan cara melakukan *spike* ke dalam sampel pada hari, analisis dan kondisi yang sama. Penentuan presisi dilakukan pada konsentrasi 50 ppb. Selanjutnya dianalisis menggunakan instrument ICP-MS. Hasil pengukuran tersebut diolah untuk mendapatkan nilai simpangan baku (SD) serta nilai relatif standar deviasi (RSD) dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se. Metode dengan presisi yang baik ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) < 2% (Harmita, 2004).

c. *Reproducibility*

Penentuan presisi dilakukan pada konsentrasi 10 ppb. Dilakukan dengan 7 kali pengulangan di setiap minggu yang berbeda dengan cara melakukan *spike* ke dalam sampel. Selanjutnya dianalisis menggunakan instrument ICP-MS. Hasil pengukuran tersebut diolah untuk mendapatkan nilai simpangan baku (SD) serta nilai relatif standar deviasi (RSD) dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se. Adapun syarat keberterimaan ditunjukkan dengan perolehan relatif standar deviasi (RSD) < 2% (Harmita, 2004).

d. Akurasi

Penentuan akurasi dilakukan pada konsentrasi 50 ppb. Dilakukan dengan 7 kali pengulangan dengan cara melakukan *spike* ke dalam sampel. Selanjutnya dianalisis menggunakan instrument ICP-MS. Hasil pengukuran tersebut diolah untuk mendapatkan nilai % *recovery* dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se berdasarkan Persamaan 1.

e. Penentuan Batas Deteksi LoD dan LoQ

Penentuan LoD dan LoQ diambil dari konsentrasi 0,05 ppb, 0,1 ppb, 0,5 ppb, dan 1 ppb. Dilakukan dengan 7 kali pengulangan. Selanjutnya dianalisis menggunakan instrument ICP-MS. Hasil pengukuran tersebut diolah untuk

mendapatkan nilai simpangan baku (SD) dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se. Batas deteksi dihitung 3 kali SD dan batas kuantifikasi dihitung 10 kali SD (Pirdaus dkk., 2018).

3.3.4 Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian termasuk suatu rentang nilai yang diperoleh dari suatu penyimpangan sebagai nilai yang bisa ditoleransi.

a. Sumber Ketidakpastian

Mengidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian yang dapat memberikan kontribusi terhadap hasil akhir pengujian dalam bentuk diagram tulang ikan.

b. Ketidakpastian Baku

Dibuat larutan deret standar dengan volume penambahan sesuai dengan Tabel 10. Larutan standar tersebut dianalisis menggunakan ICP-MS. Selanjutnya sampel yang sebelumnya telah dilakukan preparasi tersebut dianalisis menggunakan ICP-MS dengan 7 kali pengulangan. Hasil pengukuran tersebut diolah dan diidentifikasi sumber-sumber ketidakpastian dari diagram tulang ikan untuk mendapatkan nilai ketidakpastian baku dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik.

c. Ketidakpastian Gabungan

Ketidakpastian gabungan dapat ditentukan dengan menggabungkan nilai ketidakpastian baku dari komponen-komponennya menjadi ketidakpastian baku gabungan yaitu dijumlahkan, dikuadratkan dan ditarik akar pangkat dua dari jumlahnya. Kemudian didapatkan ketidakpastian gabungan dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik berdasarkan Persamaan 12.

d. Ketidakpastian Diperluas

Ketidakpastian diperluas ditentukan dengan cara mengalikan ketidakpastian baku gabungan dengan faktor pencakupan (k). Tingkat kepercayaan sekitar 95% memberikan faktor pencakupan 2 ($k = 2$). Selanjutnya dihitung ketidakpastian diperluas dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se pada mainan anak jenis plastik berdasarkan Persamaan 13.

3.3.5 Penentuan Kadar Logam Berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se pada Mainan Anak Jenis Plastik

Pada penelitian ini penentuan kadar logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se menggunakan 13 sampel dari satu rangkaian mainan anak jenis plastik yang dipisahkan berdasarkan perbedaan warnanya. Larutan standar variasi 8 logam dengan masing-masing konsentrasi 0,01; 0,0; 0,1; 0,5; 1; 2,5; 5; 10; 25; 50; dan 100 ppb dengan volume penambahan sesuai dengan Tabel 10. Masing-masing diinjeksikan ke dalam ICP-MS. Selanjutnya dibuat kurva hubungan konsentrasi standar logam terhadap intensitas. Persamaan regresi linear yang dihasilkan dalam kurva hubungan tersebut kemudian digunakan untuk analisis uji kadar logam. Larutan sampel dan *spike* kemudian diinjeksi ke dalam ICP-MS dan dihasilkan nilai intensitas. Nilai intensitas ini digunakan untuk menghitung kadar logam menggunakan persamaan regresi linear dari kurva standar logam. Kadar dari masing-masing logam berat As, Sb, Ba, Cd, Cr, Pb, Hg, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik dapat ditentukan menggunakan Persamaan 14.

$$\text{Kadar logam (mg/kg)} = \frac{(C_{\text{spl}} - \left(\frac{C_{\text{spl}} \times \text{Faktor Koreksi}}{100} \right))}{1000} \quad (14)$$

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Simpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

1. HNO_3 2% dapat dijadikan sebagai pelarut alternatif pengganti HCl 0,07 N untuk pengujian kadar logam berat Pb, Cd, As, Hg, Cr, Ba, Sb, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik menggunakan ICP-MS.
2. Validasi metode pada penentuan logam berat Pb, Cd, As, Hg, Cr, Ba, Sb, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik dengan destruksi basah menggunakan HNO_3 2% menunjukkan hasil yang baik dan telah memenuhi syarat keberterimaan pada setiap parameter, sehingga metode tersebut dapat digunakan untuk pengujian rutin di laboratorium.
3. Kadar logam berat Pb, Cd, As, Hg, Cr, Ba, Sb, dan Se dalam sampel mainan anak jenis plastik yang telah diuji menunjukkan kadar masing-masing 8 logam berat tersebut berada di bawah ambang batas yang ditetapkan oleh Standar Nasional Indonesia (SNI) ISO 8124-3:2010.
4. Nilai hasil ketidakpastian pengukuran logam Pb (0,05 mg/kg), logam Cd (0,06 mg/kg), logam As (0,06 mg/kg), logam Hg (0,04 mg/kg), logam Cr (0,01 mg/kg), logam Ba (0,02 mg/kg), logam Sb (0,01 mg/kg), dan logam Se (0,06 mg/kg).

5.2 Saran

1. Penelitian selanjutnya disarankan menggunakan pelarut asam lain yang dapat mendestruksi sampel hingga larut total untuk menganalisis kandungan logam berat dalam sampel mainan anak agar dapat dibandingkan hasilnya.
2. Perlu dilakukan validasi metode lanjutan dengan parameter spesifitas (*specifity*), ketangguhan (*robustness*), kekasaran (*ruggedness*), dan kesesuaian sistem (*system suitability*).

DAFTAR PUSTAKA

- Abdel-rahman, G. N. 2022. Heavy metals, definition, sources of food contamination, incidence, impacts et remediation A literature review with recent updates. *Egyptian Journal of Chemistry*, 65(1) : 419–437.
- Agustina, V. 2020. Penetapan Kadar Logam Berat Timbal (Pb) Pada Lip Liner Dengan Metode Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS). *Jurnal Analis Farmasi*. 5(1) : 38-43.
- Arshad, S., and Arif, A. 2022. Lead (Pb): Health Effects and Assailable Populations American. *Journal of Biomedical Science & Research*. 15(2) : 255–257.
- Badan Standar Nasional. (2010). *Standar Keamanan Mainan Anak*.
- Bhadauria, R. 2019. Arsenic toxicity : an overview. *Horticult International Journal*. 3(1) : 20–22.
- Charbonnier, Q., Moynier, F., and Bouchez, J. 2018. Barium isotope cosmochemistry and geochemistry. *Science Bulletin*. 1(1) : 1-36.
- Chavan, S. D., and Desai, D. M. 2022. Analytical method validation : A brief review. *World Journal of Advanced Research and Reviews*. 16(2) : 389–402.
- Christian, G. D. 2004. *Analytical Chemistry*. John Wiley and Sons. USA
- Danielyan, K. E., and Chailyan, S. G. 2019. Heavy Metals. *Biomedical Journal of Scientific & Technical Research*. 21(5) : 16165-16169.
- Dharmadewi, A. A. I. M., dan Wiadnyana, I. G. A. G. 2019. Analisis Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) Pada Kerang Hijau (Perna viridis L.) yang Beredar di Pasar Badung. *Jurnal Edukasi Matematika dan Sains*. 8(2) : 161-169.
- Effendi, H. 2003. *Kajian Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan*. Kanisius.Yogyakarta.

- Elishian, C., Komalasari, I., Handayani, E. M., dan Zuas, O. 2021. Estimasi Ketidakpastian Nilai Acuan Kobalt Dan Mangan Dalam Matriks Air Minum Kemasan. *Jurnal Teknologi*. 14(1) : 20-27.
- Febrina, I., dan Silvia, M. I. 2018. Estimasi Ketidakpastian Dari Pengukuran Nilai Viskositas Kinematik (Vk) Pelumas Berdasarkan Standar Astm D 445 Pada Temperatur 40 °C Dan 100 °C Di Laboratorium Pelumas Pusat Penelitian Dan Pengembangan Minyak Dan Gas Bumi (Ppptmgb) Lemigas . *Jurnal Teknik Patra Akademika*. 9(1) : 65-83.
- Ge, X., Mo, Q., Wang, G., Zhao, Y., Li, Y., and Wang, S. 2021. Determination of available and carbonate antimony (Sb) in soil by Atomic Fluorescence Spectrometry. *ICERSD*. 1(1) : 1-4.
- Genchi, G., Lauria, G., Catalano, A., Carocci, A., and Sinicropi, M. S. 2021. The Double Face of Metals : The Intriguing Case of Chromium. *Applied Sciences*. 11(638) : 1-20.
- Guney, M., Kismelyeva, S., Akimzhanova, Z., and Beisova, K. 2020. Potentially toxic elements in toys and children's jewelry : A critical review of recent advances in legislation and in scientific research . *Environmental Pollution*, 264(26) : 1-15.
- Hafsah, Juniar, E., dan Lismawati. 2021. Estimasi ketidakpastian pengukuran pada metode analisa proksimat di Laboratorium Kimia Hasil Pertanian Universitas Sriwijaya. *Jurnal Penelitian Sains*. 23(2) : 61-66.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. 1(3) :117–135.
- Herly, L. 2015. Analisis Kandungan Logam As, Cd, Dan Pb dalam Minyak Sumbawa A, B, C, dan D. *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Universitas Surabaya*. 4(1) : 1-14.
- Huda, S., Dwi, R., dan Kurniasari, L. 2017. Karakterisasi Karbon Aktif Dari Bambu Ori (Bambusa Arundinacea) yang di Aktivasi Menggunakan Asam Klorida (HCl). *Jurnal Inovasi Teknik Kimia*. 5(1) : 22-27.
- Hazra, F., Purnama, S. P., dan Sari, S. M. 2014. Verifikasi Metode Uji Arsen dalam Contoh Mainan Anak dengan Spektrofotometer Serapan Atom Generator Uap Hidrida. *Jurnal Sains Terapan Edisi IV*. 4(2) : 36-45.
- Indrawijaya, B., Oktavia, H., dan Cahyani, W. E. 2019. Penentuan Kadar Logam Berat (As, Ba, Cd, Cr, Hg, Pb, Sb, Se) pada Mainan Anak dengan Metode SNI ISO 8124-3:2010 Menggunakan ICP-OES. *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia*. 3(2) : 87-94.

- Irzon, R. 2010. Pengujian Trace-Rare Earth Elements Terhadap SRM AGV2 dan GBW 07113 dengan ICP-MS. *Pusat Survei Geologi-Kemmen ESDM*, 1(39) : 51-64.
- Istarani, F., dan Pandebesie, E. S. 2014. Studi Dampak Arsen (As) dan Kadmium (Cd) terhadap Penurunan Kualitas Lingkungan. *Jurnal Teknik POMITS*. 3(1) : 53-58.
- Kamara, I., Adie, G. U., and Giwa, A. S. 2023. Total and bio-accessible toxic metals in low-cost children toys sold in major markets in Ibadan, South West Nigeria. *Scientific African*. 20(1) : 1-8.
- KAN. 2003. *Pedoman Evaluasi dan Penetapan Ketidakpastian Pengukuran*. Komite Akreditasi Nasional. Jakarta.
- Kantasubrata, J. 2014. *Materi Pelatihan Estimasi Ketidakpastian Pengukuran Laboratorium Kimia*. BSN. Jakarta.
- Khasibudin, M. R. W., Zulfika, D. N., dan Kusbiantoro, R. 2019. Analisis Laju Korosi Baja Karbon ST 60 Terhadap Larutan Hidrogen Klorida (HCl) dan Larutan Natrium Hidroksida (NaOH). *Majamecha*. 1(2) : 88-102.
- Kieliszek, M. 2021. *Advances in Food and Nutrition Research*. SGGW. Poland.
- Lestari, A., dan Samsunar, S. 2021. Analisis Kadar Padatan Tersuspensi Total (TSS) dan Logam Krom Total (Cr) Pada Limbah Tekstil Di Dinas Lingkungan Hidup Sukoharjo. *Indonesian Journal of Chemical Research*. 6(1) : 32-41.
- Meyer, L., Chalot, M., and Capelli, N. 2023. Ecotoxicology and Environmental Safety The potential of microorganisms as biomonitoring and bioremediation tools for mercury-contaminated soils. *Ecotoxicology and Environmental Safety*. 262(6) : 1-14.
- Nuraini, E., dan Hermawan, P. 2022. Perhitungan Nilai Ketidakpastian (Uncertainty) Pada Uji Tebal Kulit Menggunakan Alat Ukur *Thickness*. *Berkala Penelitian Teknologi Kulit, Sepatu, Dan Produk Kulit Politeknik Atk Yogyakarta*. 21(2) : 290-296.
- Oktavia, H., Cahyani, W. E., dan Indrawijaya, B. (2023). Penentuan Kadar Logam Berat (As, Ba, Cd, Cr, Hg, Pb, Sb, Se) pada Mainan Anak (Slime, Lapisan Cat, Cat Tangan) dengan Metode SNI ISO 8124-3:2010 Menggunakan ICP-OES. *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia*. 7(2) : 92-97.
- Oyeyiola, A. O., Akinyemi, M. I., Chiedu, I. E., Fatunsin, O. T., and Olayinka, K. O. 2017. Statistical analyses and risk assessment of potentially toxic metals (PTMS) in children's toys. *Journal of Taibah University for Science*, 11(6) : 842-849.

- Palar, H. 2008. *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Rineka Cipta. Jakarta.
- Periferakis, A., Caruntu, A., Periferakis, A. T., Scheau, A. E., Badarau, I. A. Caruntu, C., and Scheau, C. 2022. Availability, Toxicology and Medical Significance of Antimony. *International Journal of Enviromental Research*. 19(1) : 1-29.
- Pratiwi, D. Y. 2020. Dampak Pencemaran Logam Berat (Timbal, Tembaga, Merkuri, Kadmium, Krom) Terhadap Organisme Perairan dan Kesehatan Manusia. *Jurnal Akuatek*. 1(1) : 59-65.
- Purwamargapratala, Y., Alfian, dan Ridwan. 2013. Penentuan Pencemaran Cr, Co, Fe, dan Sb Pada Lindi Menggunakan Metode Analisis Aktivasi Neutron. *PTAPB-BATAN Yogyakarta*, 1(1) : 53-56.
- Raimon. 1993. *Perbandingan Metoda Destruksi Basah dan Kering Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. Jaringan Kerjasama Kimia Analitik Indonesia. Yogyakarta.
- Rambla-alegre, M., Esteve-romero, J., and Carda-broch, S. 2012. Is it really necessary to validate an analytical method or not ? That is the question. *Journal of Chromatography A*. 1(1) : 101-109.
- Riyanto. 2017. *Validasi & Verifikasi Metode Uji : Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Deepublish. Yogyakarta.
- Rodiana, yayah, Masitoh, S., Maulana, H., dan Nurhasni, N. 2013. Pengkajian Metode Untuk Analisis Total Logam Berat Dalam Sedimen Menggunakan Microwave Digestion. *Jurnal Ecolab*. 7(2) : 71-80.
- Rukihati, dan Saryati. 2006. Analisis Cuplikan Lingkungan dan Bahan Geologi dengan Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry. *Jurnal Sains Materi Indonesia Indonesian Journal Of Materials Science*. 8(1) : 92-97.
- Sahriawati, Sumarlin, dan Wahyuni, S. 2020. Validasi Metode dan Penetapan Kadar Kolesterol Ayam Broiler dengan Metode Lieberman- Burchard. *Lutjanus*. 1(1) : 31-40.
- Sasongko, A., Yulianto, K., dan Sarastri, D. 2017. Verifikasi Metode Penentuan Logam Kadmium (Cd) dalam Air Limbah Domestik dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Jurnal Sains dan Teknologi*. 6(2) : 228-237.
- Septiani, M., Santoso, K., dan Majid, R. A. 2018. Alternatif Pada Proses Acid Wash Terhadap Plate Electrolyzer Di Pt Kaltim Nitrate Indonesia. *Journal Of Chemical Process Engineering*. 3(2) : 17-21.

- Silalahi, N. S. L., Amril, Y., dan Wahyuningsih, P. 2022. Analisis Kuantitatif Logam Berat dalam Tiram (*Crassostrea* Sp.) dari Pesisir Kuala Langsa. *Jurnal Pendidikan Sains & Biologi*. 9(2) : 784-794.
- Singh, B. P., and Malhotra, I. 2020. Overview Of Production Of Nitric Acid. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)*. 7(10) : 1534–1541.
- Siregar, C. J., dan Hendrayana, T. 2007. *Praktik Sistem Manajemen. Laboratorium Pengujian yang Baik*. EGC Departemen Kesehatan RI. Jakarta.
- Sugiyarto, K., H., dan Suyanti, R. D. 2010. *Kimia Anorganik Logam*. Graha Ilmu. Yogyakarta.
- Sukirno, dan Samin. 2011. Estimasi Ketidakpastian Analisis Radionuklida Ra-226, Ra-228, Th-228 Dan K-40 Dalam Cuplikan Sedimen Dengan Teknik Spektrometri Gamma . *J. Iptek Nuklir Ganendra*. 14(1) : 10-18.
- Supiati, Yudi, H. M., dan Chadijah, S. 2013. Pengaruh Konsentrasi Aktivator Asam Klorida (HCl) Terhadap Kapasitas Adsorpsi Arang Aktif Kulit Durian (*Durio zibethinus*) Pada Zat Warna Methanil Yellow. *Al-Kimia*. 1(1) : 53-63.
- Suprpto, S. T., dan Kharisma, D. B. 2020. Problematika Implementasi Standar Nasional Indonesia (Sni) Wajib Pada Mainan Anak Di Kota Jakarta Timur. *Jurnal Privat Law*. 8(2) : 222-229.
- Trisnawati, N. N., Ayu, I. G., Sri, K., dan Dewi, P. 2021. Validasi Metode Uji Merkuri Menggunakan Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry (ICPE) 9000. *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)*. 9(1) : 24-28.
- Wilschefski, S. C., and Baxter, M. R. 2019. Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry: Introduction to Analytical Aspects. *Clin Biochem*. 40(3) : 115-133.
- Yunita, dan Sumiwi, S. A. 2018. Selenium Dan Manfaatnya Untuk Kesehatan: Review Jurnal. *Farmaka*. 16(2) : 412-417.
- Zhang, H., and Reynolds, M. 2019. Science of the Total Environment Cadmium exposure in living organisms : A short review. *Science of the Total Environment*. 678(1) : 761–767.