

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR TIMBAL DALAM KECAP MANIS DENGAN DESTRUKSI BASAH SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM NYALA

ISYKARIEMA PUTRI TIYAGITA



**PROGRAM STUDI ANALISIS KIMIA
SEKOLAH VOKASI
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2024**

@Hak cipta milik IPB University

IPB University



IPB University
Bogor Indonesia

- Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
 2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

PERNYATAAN MENGENAI LAPORAN PROYEK AKHIR DAN SUMBER INFORMASI SERTA PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa laporan proyek tugas akhir dengan judul “Validasi Metode Penentuan Kadar Pb dalam Kecap Manis dengan Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala” adalah karya saya dengan arahan dari dosen pembimbing dan belum diajukan dalam bentuk apa pun kepada perguruan tinggi mana pun. Sumber informasi yang berasal atau dikutip dari karya yang diterbitkan maupun tidak diterbitkan dari penulis lain telah disebutkan dalam teks dan dicantumkan dalam Daftar Pustaka di bagian akhir laporan proyek tugas akhir ini.

Dengan ini saya melimpahkan hak cipta dari karya tulis saya kepada Institut Pertanian Bogor.

Bogor, Juli 2024

Isykariema Putri Tiyagita
J0312201058

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.

ABSTRAK

ISYKARIEMA PUTRI TIYAGITA. Validasi Metode Penentuan Kadar Timbal dalam Kecap Manis dengan Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala. Dibimbing oleh ATEP DIAN SUPARDAN dan ROSADI.

Keberadaan logam timbal (Pb) dalam kecap perlu dilakukan pengawasan mengingat akibat bahayanya logam tersebut jika masuk ke dalam tubuh dengan jumlah berlebih. Menurut SNI 7387:2009 batas kadar timbal yang diperbolehkan dalam kecap adalah sebesar 1,0 mg/kg. Penentuan logam timbal dilakukan menggunakan metode spektrofotometri serapan atom (SSA) melalui proses preparasi metode destruksi basah. Metode destruksi basah dilakukan dengan menggunakan HNO₃ 65% dan HClO₄ 60% yang mengacu pada APHA 2023. Sampel yang telah didestruksi kemudian diukur menggunakan spektrofotometer serapan atom nyala Perkin Elmer 300 sebanyak 7 kali. Hasil penelitian menunjukkan nilai Linearitas sebesar 0,999, nilai LD 0,0148 mg/L, nilai LK 0,0447 mg/L, nilai repeatabilitas 2,8328%, nilai %perolehan kembali sebesar 100,35%. Analisis statistika pada uji ketahanan menunjukkan hasil f-hitung < f-tabel dan analisis statistika pada uji ketangguhan menunjukkan hasil t-hitung < t-tabel. Nilai seluruh parameter uji yang didapat ini telah memenuhi persyaratan yang ditentukan.

Kata kunci: destruksi basah, kecap manis, logam timbal, spektrofotometri serapan atom, validasi

ABSTRACT

ISYKARIEMA PUTRI TIYAGITA. Validation Method for Determination Lead Levels in Sweet Soy Sauce with Wet Digestion using Flame Atomic Absorption Spectrophotometry. Supervised by ATEP DIAN SUPARDAN and ROSADI.

The Presence of lead (Pb) in soy sauce needs to be monitored due to the harmful effects of this metal when ingested in excessive amounts. According to SNI 7387:2009, the permissible lead content in soy sauce is 1,0 mg/kg. The determination of lead metal is carried out using the atomic absorption spectrophotometry (AAS) method through a wet digestion preparation process. The wet digestion method is performed using 65% HNO₃ dan 60% HClO₄, referring to APHA 2023. The digested samples are then measured using a Perkin Elmer 300 flame atomic absorption spectrophotometer seven times. The result of the study shows a linearity value of 0.999, LOD of 0.0148 mg/L, LOQ of 0.0447 mg/L, repeatability value of 2.8328%, and a recovery rate of 100.35%. Statistical analysis of the robustness test shows f-calculated < f-table and statistical analysis of the ruggedness shows t-calculated < t-table. The values of all the obtained test parameters meet the specified requirements.

Keywords: atomic absorption spectroscopy, lead, sweet soy sauce, validation, wet digestion



@Hak cipta milik IPB University

Judul Laporan : Validasi Metode Penentuan Kadar Timbal dalam
Proyek Tugas Akhir : Kecap Manis dengan Destruksi Basah Secara
Spektrofotometri Serapan Atom Nyala
Nama : Isykariema Putri Tiyagita
NIM : J0312201058

Disetujui oleh

Pembimbing 1:
Atep Dian Supardan, S.Si., M.Si.

Pembimbing 2:
H. Rosadi, M.Sc.

Diketahui oleh

Ketua Program Studi:
Dr. Farida Laila, S.Si., M.Si.
NIP 197611032014092002

Dekan Sekolah Vokasi:
Dr. Ir. Aceng Hidayat, M.T.
NIP 199607171992031003

Tanggal Ujian: 11 Juli 2024

Tanggal Lulus:

Hak Cipta Dilindungi Undang-undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber :
a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB University.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah *subhanahu wa ta'ala* atas segala karunia-Nya sehingga karya ilmiah ini berhasil diselesaikan. Tema yang dipilih dalam penelitian yang dilaksanakan sejak bulan Januari 2024 sampai bulan Juni 2024 ini ialah validasi metode, dengan judul “Validasi Metode Penentuan Kadar Timbal dalam Kecap Manis Botol Plastik Dengan Destruksi Basah Secara Spektrofotometri Serapan Atom Nyala”.

Terima kasih penulis ucapkan kepada para pembimbing, Atep Dian Supardan., S.Si, M.Si dan H. Rosadi., M.Sc. yang telah membimbing dan banyak memberi saran. Ucapan terima kasih juga disampaikan kepada pembimbing akademik, moderator seminar, dan penguji luar komisi pembimbing. Di samping itu, penghargaan penulis sampaikan kepada PT. National Andalan Services beserta staf laboratorium Ibu Rini Adriani yang telah banyak membantu penulis selama pengumpulan data. Ungkapan terima kasih juga disampaikan kepada ayah penulis yang bernama M. Nasukhi, S.H., ibu penulis yang bernama Baeti Zumaro, S.Pd., seluruh keluarga, serta teman-teman yang selalu berada di sisi penulis dan selalu memberikan semangat dan dukungannya. Semoga karya ilmiah ini bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan dan bagi kemajuan ilmu pengetahuan.

Bogor, Juli 2024

Isykariema Putri Tiyagita

DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR LAMPIRAN	viii
I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat penelitian	3
1.5 Ruang Lingkup	3
1.6 Hipotesis	3
II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Logam Timbal (Pb)	4
2.2 Kecap Manis	4
2.3 Destruksi Asam	5
2.4 Validasi Metode	6
III METODE	11
3.1 Waktu dan Tempat	11
3.2 Alat dan Bahan	11
3.3 Prosedur Penelitian	11
3.4 Analisis Data	15
IV HASIL DAN PEMBAHASAN	16
4.1 Linearitas	19
4.2 Limit Deteksi (LD) dan Limit Kuantisasi (LK)	20
4.3 Presisi	20
4.4 Akurasi	21
4.5 <i>Robustness</i> (Ketahanan)	22
4.6 <i>Ruggedness</i> (Ketangguhan)	23
IV SIMPULAN DAN SARAN	25
5.1 Simpulan	25
5.2 Saran	25
DAFTAR PUSTAKA	26
LAMPIRAN	30
RIWAYAT HIDUP	39



DAFTAR TABEL

1	Syarat mutu logam berat dalam kecap menurut SNI 3543.1:2013	5
2	Nilai persen perolehan kembali berdasarkan konsentrasi analit	7
3	Tingkat presisi berdasarkan konsentrasi analit	8
4	Kondisi variasi pengukuran sampel untuk uji <i>robustness</i>	15
5	Kondisi pengukuran Pb dengan SSA PE Aanalyst 300	13
6	Ringkasan hasil keseluruhan parameter validasi	19
7	Limit deteksi dan limit kuantisasi	20
8	Hasil penentuan presisi analisis timbal dalam sampel kecap	21
9	Hasil penentuan akurasi analisis timbal dalam sampel kecap	22
10	Uji <i>robustness</i> metode analisis timbal dalam sampel kecap	23
11	Uji <i>ruggedness</i> metode analisis timbal dalam kecap	23

DAFTAR GAMBAR

1	Skema alat spektrofotometer serapan atom <i>singlebeam</i> (PE 1996)	9
2	Skema alur penelitian	12
3	Ilustrasi proses eksitasi elektron (PE 1996)	16
4	Diagram tingkatan energi timbal (Pb)	17
5	Persamaan reaksi logam dengan HNO ₃ (Wulandari dan Sukesi 2013)	18
6	Kurva kalibrasi logam timbal	19

DAFTAR LAMPIRAN

1	Data penentuan linearitas, limit deteksi (LD) dan limit kuantisasi	31
2	Contoh perhitungan presisi metode analisis logam timbal pada kecap	32
3	Contoh perhitungan akurasi metode analisis logam timbal dalam	33
4	Uji <i>robustness</i> metode analisis logam timbal dalam kecap manis	34
5	Uji <i>ruggedness</i> metode analisis logam timbal dalam kecap manis	36