

VALIDASI METODE ANALISIS KADAR ARSEN DALAM SUSU BUBUK DENGAN DESTRUKSI BASAH MENGUNAKAN ICP-MS

NADIA



**PROGRAM STUDI ANALISIS KIMIA
SEKOLAH VOKASI
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2025**

PERNYATAAN MENGENAI SKRIPSI DAN SUMBER INFORMASI SERTA PELIMPAHAN HAK CIPTA

Dengan ini saya menyatakan bahwa proyek tugas akhir dengan judul “Validasi Metode Analisis Kadar Arsen dalam Susu Bubuk dengan Destruksi Basah menggunakan ICP-MS” 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 proyek tugas akhir ini.

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

Bogor, Agustus 2025

Nadia
J0312211063

ABSTRAK

NADIA. Validasi Metode Analisis Kadar Arsen dalam Susu Bubuk dengan Destruksi Basah Menggunakan ICP-MS. Dibimbing oleh WULAN TRI WAHYUNI dan MOHAMAD NASHIH ULWAN.

Validasi metode perlu dilakukan terhadap metode analisis yang dimodifikasi. Penelitian ini bertujuan memvalidasi metode analisis kadar arsen dalam susu bubuk dengan metode standar *Food and Drug Administration* (FDA) Edisi 1.2 Tahun 2020 tentang *Elemental Analysis in Food Using Microwave Assisted Digestion* yang dimodifikasi pada penggunaan larutan pendestruksi. Validasi metode menghasilkan selektivitas sebesar 75 (m/z), batas deteksi instrumen (BDI) sebesar 0,0080 µg/L, batas deteksi (BD) sebesar 24,70 µg/kg dan batas kuantitasi (BK) sebesar 82,32 µg/kg. Linearitas metode menghasilkan koefisien determinasi (R^2) sebesar 0,9996. Presisi keterulangan memenuhi syarat keberterimaan %SBR < 2/3 CV Horwitz dan presisi antara memenuhi syarat keberterimaan uji t. Akurasi memenuhi syarat keberterimaan %recovery berada pada rentang 80% - 120%. Metode tahan terhadap perubahan volume larutan pendestruksi dan metode tangguh terhadap perubahan hari pengukuran. Metode modifikasi dinyatakan valid untuk analisis kadar arsen dalam susu bubuk karena memenuhi seluruh syarat keberterimaan, sehingga dapat digunakan untuk metode analisis rutin.

Kata kunci: arsen, destruksi basah, ICP-MS, susu bubuk, validasi metode

ABSTRACT

NADIA. Validation of Arsenic Analysis Method in Powdered Milk by Wet Destruction Using ICP-MS. Supervised by WULAN TRI WAHYUNI and MOHAMAD NASHIH ULWAN.

Method validation needed to be carried out on the modified analysis method. This study aimed to validate the analysis method of arsenic levels in powdered milk using the standard method of the Food and Drug Administration (FDA) Edition 1.2 of 2020 concerning Elemental Analysis in Food using Microwave Assisted Digestion modified by using a destructor solution. Method validation resulted in a selectivity of 75 (m/z), an instrument detection limit (IDL) of 0.0080 µg/L, a detection limit (DL) of 24,70 µg/kg and a quantitation limit (QL) of 82,32 µg/kg. The linearity of the method resulted in a determination coefficient (R^2) of 0.9996. The repeatability precision met the acceptance requirements of %SBR < 2/3 CV Horwitz and the intermediate precision met the acceptance requirements of the t test. The accuracy met the acceptance requirements %recovery in the range of 80% - 120%. The method was robust to changes in the volume of the destructive solution and the method was rugged to changes in the day of measurement. The modified method was declared valid for the analysis of arsenic levels in powdered milk because it met all the acceptance requirements, so it could be used for routine analysis methods.

Keywords: arsenic, ICP-MS, milk powder, method validation, wet digestion



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.

© Hak Cipta milik IPB, tahun 2025
Hak Cipta dilindungi Undang-Undang

Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan atau menyebutkan sumbernya. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik, atau tinjauan suatu masalah, dan pengutipan tersebut tidak merugikan kepentingan IPB.

Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apa pun tanpa izin IPB.

VALIDASI METODE ANALISIS KADAR ARSEN DALAM SUSU BUBUK DENGAN DESTRUKSI BASAH MENGUNAKAN ICP-MS

NADIA

Laporan Proyek Tugas Akhir
sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Terapan pada
Program Studi Analisis Kimia

**PROGRAM STUDI ANALISIS KIMIA
SEKOLAH VOKASI
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2025**



@Hak cipta milik IPB University

IPB University

Penguji pada ujian Proyek Tugas Akhir: Dr. Rudi Heryanto, S.Si., M.Si.



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 mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB University.



Judul Laporan
Proyek Tugas Akhir
Nama
NIM

: Validasi Metode Analisis Kadar Arsen dalam Susu
dengan Destruksi Basah menggunakan ICP-MS
: Nadia
: J0312211063

Disetujui oleh

Pembimbing 1:
Dr. Wulan Tri Wahyuni S, S.Si., M.Si.



Diketahui oleh

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

Dekan Sekolah Vokasi IPB:
Dr. Ir. Aceng Hidayat, M.T.
NIP. 196607171992031003



Tanggal Ujian: 24 Juli 2025

Tanggal Lulus:

PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Allah *subhanaahu wa ta'ala* atas segala karunia-Nya sehingga laporan proyek tugas akhir ini dapat diselesaikan dengan baik. Tema yang dipilih dalam penelitian yang dilaksanakan sejak 06 Januari 2025 sampai 28 Maret 2025 dengan judul “Validasi Metode Analisis Kadar Arsen dalam Susu Bubuk dengan Destruksi Basah Menggunakan ICP-MS”. Selama penelitian, penulis banyak belajar mengenai instrumen ICP-MS dan memperoleh pengalaman yang berharga.

Terima kasih penulis ucapkan kepada pembimbing, Dr. Wulan Tri Wahyuni S.S.Si., M.Si sebagai pembimbing kampus yang bersedia meluangkan waktu untuk memberikan penjelasan dan pertanyaan penulis, Mohamad Nashih Ulwan, S.Si, Muhammad Iqbal Prakoso, A. Md, S. Si, dan Ismail, S.Si sebagai pembimbing lapang yang telah banyak membantu dalam penyusunan laporan akhir dan banyak memberi saran. Ucapan terima kasih juga penulis sampaikan kepada dosen moderator seminar yaitu Nindya Tri Muliawati, M.Sc dan Budi Riza Putra, S.Si., M.Si., Ph.D serta dosen penguji ujian proyek tugas akhir Dr. Rudi Heryanto, S.Si., M.Si. Di samping itu, penghargaan penulis sampaikan kepada Laboratorium LPPOM MUI Bogor beserta *staff* laboratorium yaitu Dodi Herdadi Iman, S.Si dan Muhammad Akmal Ramadhon, A. Md, S.Si yang telah membantu selama penelitian dan pengumpulan data.

Ungkapan terima kasih juga disampaikan kepada ayah Syamsul Bahri dan ibu tercinta Nurdawati yang selalu memberikan dukungan, doa, dan semangat yang tiada henti serta kepada seluruh teman-teman yang telah memberikan bantuan dan motivasi selama masa penelitian. Semoga proyek tugas akhir ini bermanfaat bagi pihak yang membutuhkan dan bagi kemajuan ilmu pengetahuan.

Bogor, Agustus 2025

Nadia

DAFTAR ISI

DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR LAMPIRAN	x
DAFTAR RUMUS	xi
I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	2
1.4 Manfaat	2
1.5 Hipotesis	2
1.6 Ruang Lingkup	2
II TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Arsen dalam Susu Bubuk	3
2.2 Preparasi Sampel Susu Bubuk dengan Cara Destruksi	4
2.3 <i>Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry</i> (ICP-MS)	6
2.4 Validasi Metode	7
III METODE	10
3.1 Waktu dan Tempat	10
3.2 Alat dan Bahan	10
3.3 Prosedur Kerja	10
3.4 Analisis Data	16
IV HASIL DAN PEMBAHASAN	17
4.1 Hasil Kinerja Metode FDA 2020 dan <i>Work Instruction</i> (WI) pada Pengukuran Arsen dalam Susu Bubuk	17
4.2 Hasil Selektivitas Arsen menggunakan ICP-MS	19
4.3 Hasil Batas Deteksi Instrumen (BDI) Arsen dalam Susu Bubuk	19
4.4 Hasil Linearitas Arsen	20
4.5 Hasil Batas deteksi (BD) dan Batas kuantitasi (BK) Arsen dalam Susu Bubuk	20
4.6 Hasil Presisi Arsen dalam Susu Bubuk	21
4.7 Hasil Presisi Antara Perbedaan Analis Pengukuran Arsen dalam Susu Bubuk	22
4.8 Hasil Akurasi Arsen dalam Susu Bubuk	23
4.9 Hasil Ketahanan Metode WI Terhadap Perbedaan Volume Pendestruksi dan Bobot Penimbangan	23
4.10 Ketangguhan Metode Terhadap Perbedaan Waktu Pengukuran	25
4.11 Hasil Ringkasan Validasi Metode Analisis Kadar Arsen dalam Susu Bubuk menggunakan ICP-MS	25
V SIMPULAN DAN SARAN	28
5.1 Simpulan	28
5.2 Saran	28



DAFTAR PUSTAKA	29
LAMPIRAN	35
RIWAYAT HIDUP	56

DAFTAR TABEL

2.1	Jenis-jenis arsen dan distribusinya	3
3.1	Kriteria standar tuning ICP-MS	10
3.2	Kondisi pengukuran ICP-MS	13
4.1	Kadar arsen dalam susu bubuk menggunakan metode FDA 2020 dan metode WI	17
4.2	Uji signifikansi metode WI terhadap metode FDA 2020	18
4.3	Interferensi spektral arsen dalam pengukuran ICP-MS	19
4.4	Batas deteksi dan batas kuantitasi arsen dalam susu bubuk	21
4.5	Presisi kadar arsen dalam susu bubuk	22
4.6	Uji signifikansi presisi antara perbedaan analisis	22
4.7	Akurasi pengukuran kadar arsen dalam susu bubuk	23
4.8	Uji signifikansi ketahanan metode terhadap volume pendestruksi	24
4.9	Uji signifikansi ketahanan metode terhadap bobot penimbangan	24
4.10	Uji signifikansi ketangguhan metode terhadap waktu pengukuran	25
4.11	Validasi metode analisis kadar arsen dalam susu bubuk secara	26

DAFTAR GAMBAR

3.1	Skema ICP-MS (Cherevko dan Mayrhofer 2018)	7
3.2	Diagram alir penelitian	11
4.1	Kurva kalibrasi linearitas	20

DAFTAR LAMPIRAN

1	Pengujian metode standar FDA dan metode FDA termodifikasi (WI)	37
2	Uji kedekatan metode WI terhadap metode FDA 2020 dengan uji signifikansi	39
3	Batas deteksi instrumen (BDI)	40
4	Linearitas	41
5	Pengukuran batas deteksi (BD) dan batas kuantitasi (BK)	43
6	Presisi	44
7	Presisi antara	45
8	Akurasi	47
9	Ketahanan volume pendestruksi	49
10	Ketahanan bobot sampel	51
	Ketangguhan metode waktu pengukuran (hari)	53

DAFTAR RUMUS

1	Perhitungan S/N	15
2	Perhitungan kemiringan (b)	16
3	Perhitungan inersep (a)	16
4	Perhitungan koefisien determinasi (R^2)	16
5	Perhitungan Sy/x	16
6	Perhitungan batas deteksi (BD)	16
7	Perhitungan batas kuantitasi (BK)	16
8	Perhitungan simpangan baku	17
9	Perhitungan %SBR	17
10	Perhitungan $2/3$ CV Horwitz	17
11	Perhitungan standar baku dari semua selisih	17
12	Perhitungan t hitung	17
13	Perhitungan derajat kebebasan	17
14	Perhitungan %recovery	18