

RINGKASAN

DHANTI AULIA UTARI. Validasi Metode Penentuan Kadar Timbal, Timah dan Kadmium dalam Sirup Jeruk secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Validation Method of Lead, Tin and Cadmium Determination in Orange Syrup with Atomic Absorption Spectrophotometry*. Dibimbing oleh FARIDA LAILA.

Sirup jeruk adalah larutan yang memiliki kadar gula tinggi (65% b/b) dengan rasa buah jeruk. Komposisi utama sirup ialah air dan gula yang secara alamiah mengandung logam berat. Logam berat bersifat beracun dan berbahaya bagi tubuh sehingga keberadaan logam berat pada bahan baku sirup tidak diinginkan. Kendati demikian, kontaminasi logam ke dalam sirup tidak dapat dihindari sehingga karenanya perlu dianalisis untuk memastikan bahwa kadar logam masih di bawah ambang batasnya. Logam berat yang sering dijumpai dalam sirup ialah timbal, kadmium dan timah dengan ambang batasnya berturut-turut sebesar 1,0; 0,2; dan 0,0 mg/kg. Kontaminasi logam sering kali terjadi dalam konsentrasi yang rendah sehingga spektrofotometer serapan atom (SSA) digunakan dalam analisis kadar logam. Suatu metode perlu divalidasi apabila metode standar digunakan di luar ruang lingkupnya. Oleh karena itu, sebelum metode digunakan untuk analisis rutin, metode perlu divalidasi terlebih dahulu.

Validasi metode penentuan kadar timbal dan kadmium dilakukan berdasarkan AOAC 999.11 Tahun 2002 sedangkan validasi metode penentuan kadar timah menggunakan SNI 01-2896 Tahun 1998. Adapun lima parameter uji yang digunakan dalam validasi metode ini yaitu linieritas, limit deteksi, limit kuantitasi, presisi dan akurasi. Linieritas dilakukan dengan cara mengukur serapan deret standar dan membuat kurva kalibrasi, syarat linieritas memiliki koefisien korelasi dan koefisien determinasi $>0,99$. Limit deteksi, limit kuantitasi, akurasi dan presisi dilakukan dengan cara menambahkan analit pada sampel. Limit deteksi dihitung dengan tiga kali standar deviasi sedangkan limit kuantitasi dihitung dengan sepuluh dikali standar deviasi yang sama-sama dibagi slope. Nilai standar deviasi relatif harus kurang dari dua per tiga koefisien varian untuk memenuhi syarat presisi dan persen perolehan kembali berkisar 80-120% untuk persyaratan akurasi.

Hasil validasi linieritas timbal, timah dan kadmium berturut-turut menghasilkan koefisien korelasi sebesar 0,9992; 0,9999 dan 0,9997 serta koefisien determinasi sebesar 0,9985; 0,9998 dan 0,9994. Limit deteksi timbal, timah dan kadmium berturut-turut sebesar 0,0421; 0,6636; dan 0,0078 mg/kg sedangkan limit kuantitasi timbal, timah dan kadmium berturut-turut sebesar 0,1404; 2,2122; dan 0,0261 mg/kg. Presisi menghasilkan standar deviasi relatif dan dua per tiga koefisien varian timbal, timah dan kadmium berturut-turut sebesar $3,1852 < 8,6407$; $1,732 < 5,8399$ dan $2,8261 < 12,3494$. Akurasi menghasilkan persen perolehan kembali timbal, timah dan kadmium masing-masing sebesar 108,87%, 116,71% dan 99,22%. Nilai-nilai tersebut memenuhi semua syarat keberterimaan pada AOAC tahun 2002, sehingga metode tersebut tervalidasi dan dapat diterapkan di laboratorium untuk analisis rutin.

Kata kunci : cemaran logam, sirup, SSA, validasi.