

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI PENENTUAN KADAR VITAMIN C PADA NANAS
DENGAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS**



Disusun Oleh :

**Putri Septiyani
NIM : 15231020**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA**

2021

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI PENENTUAN KADAR VITAMIN C PADA BUAH
NANAS DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Putri Septiyani

NIM: 15231020

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Laporan Tugas Akhir
Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
Pada tanggal 28 Januari 2021

Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing

**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.
NIK. 132311102**

**Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.
NIK. 052316003**



HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI PENENTUAN KADAR VITAMIN C PADA BUAH
NANAS DENGAN SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Putri Septiyani

NIM: 15231020

Telah dipertahankan di depan Penguji pada tanggal 28 Januari 2021

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji

ISLAM

Thorikul Huda, S.Si., M.Sc.

NIK. 052316003

Penguji I

Puji Kurniawati, S.Pd.Si., M.Sc.

NIK. 132311103

Penguji II

Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si

NIK. 132311102

Mengetahui

Dekan Fakultas MIPA UII

Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak pernah terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya *Science* atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka. Saya memperbolehkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Yogyakarta, 28 Januari 2019

(Putri Septiyani)



HALAMAN PERSEMBAHAN

Segala Sujud serta syukur kepada Allah SWT atas Rahmat dan Hidayah-Nya yang tak terhingga dan selalu dilimpahkan sehingga memberikan saya kekuatan dan semangat dalam menuntut ilmu sehingga saya dapat menyelesaikan tugas akhir di Program Studi Diploma III Analisis Kimia. Tak lupa pula sholawat serta salam saya panjatkan kepada kekasih-Nya Nabi Muhammad SAW.

Kupersembahkan karya sederhana ini kepada orang yang sangat kusayangi yaitu **Ibu dan Ayah** saya, yang telah memberikan dukungan moril maupun materi serta doa yang tiada henti-hentinya untuk kesuksesan saya. Ucapan terima kasih saja tidak akan pernah cukup untuk membalas segala upaya dan kebaikan yang telah mereka berikan kepada saya, karena itu saya persembahkan kelulusan ini untuk mereka sebagai tanda bakti dan cinta saya kepada Mamah dan ayah ku tercinta.

Bapak dan Ibu Dosen pembimbing, penguji dan pengajar, yang selama ini telah tulus dan ikhlas meluangkan waktunya untuk menuntun dan mengarahkan saya, memberikan bimbingan dan pelajaran yang tiada ternilai harganya, agar saya menjadi lebih baik. Terimakasih banyak Bapak dan Ibu dosen, jasa kalian akan selalu ku ingat.

Saudara saya yang senantiasa memberikan dukungan, semangat, senyum dan doanya untuk keberhasilan saya. Cinta kalian adalah semangat untuk saya agar selalu berjuang menggapai apa yang saya inginkan. Terima kasih atas segala sesuatu yang kalian berikan untuk adik bungsumu ini.

Sahabat dan Teman Tersayang, tanpa semangat, dukungan dan bantuan kalian semua tak kan mungkin bisa saya lewati tahapan hidup di tanah rantau ini sampai sekarang, terimakasih untuk canda tawa, tangis, dan perjuangan yang kita lewati bersama dan terimakasih untuk kenangan manis yang telah kalian ukir dalam kehidupan saya. Terima kasih atas semua yang telah kalian berikan untuk saya, kalian adalah orang-orang hebat yang pernah saya temui.

Diriku sendiri terima kasih untuk tidak menyerah.

Terimakasih untuk almamaterku Program Studi DIII Analisis Kimia
Universitas Islam Indonesia yang telah banyak memberikan ilmu,
wawasan, dan bekal untuk langkah selanjutnya.

Terima kasih teman-teman seperjuangan Analisis Kimia 😊😊😊

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum wr. wb.

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, shalawat dan salam senantiasa tercurah kepada Nabi Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa istiqomah menjalankan agama-Nya. Berkat pertolongan dan rahmat Allah SWT penyusun dapat menyelesaikan Laporan Praktik Kerja Lapangan yang berjudul Validasi Penentuan Kadar Vitamin C pada Buah Nanas Secara Spektrofotometri Uv-Vis

Laporan Praktik Kerja Lapangan merupakan salah satu syarat agar dapat memperoleh derajat Ahli Madya *Science* (A.Md.Si) DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia Yogyakarta. Selama proses penyusunan laporan ini penyusun telah mendapatkan bantuan dan bimbingan serta pengarahan dari berbagai pihak. Untuk itu pada kesempatan ini penyusun mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas MIPA UII.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program studi DIII Analisis Kimia.
3. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Laporan Tugas Akhir.

Penyusun menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh sebab itu, penyusun mengharapkan arahan, bimbingan, kritik dan saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penyusun sendiri maupun semua pihak yang terkait.

Yogyakarta, 28 Januari 2021

Penyusun



BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Vitamin merupakan suatu senyawa organik yang sangat diperlukan tubuh untuk proses metabolisme dan pertumbuhan yang normal. Salah satu vitamin yang sangat dibutuhkan oleh manusia adalah vitamin C. Vitamin C adalah salah satu vitamin yang diperlukan oleh tubuh untuk meningkatkan sistem imunitas tubuh. Salah satu sumber dari vitamin C dapat diperoleh dari buah nanas merupakan buah-buahan yang digunakan dalam kebutuhan hidup masyarakat sehari-hari. Nanas tidak hanya digunakan untuk dikonsumsi rumah tangga, tetapi juga aneka industri pengolahan, seperti industri makanan dan minuman, industri farmasi (obat-obatan), industri kosmetik.

Indonesia merupakan wilayah yang beriklim tropis dan berada di daerah khatulistiwa. Indonesia memungkinkan tumbuhnya berbagai macam tumbuh-tumbuhan dengan subur seperti buah-buahan. Buah-buahan mengandung berbagai macam vitamin yang diperlukan oleh tubuh, salah satunya adalah vitamin C. Vitamin C berperan sebagai antioksidan dan efektif mengatasi radikal bebas yang merusak sel atau jaringan⁴. Vitamin C mudah larut dalam air, oleh karena itu pada waktu mengalami proses pengirisan, pencucian dan perebusan bahan makanan yang mengandung vitamin C akan mengalami penurunan kadarnya. Kandungan vitamin C dalam buah dan makanan akan rusak karena proses oksidasi oleh udara luar, terutama jika dipanaskan. Oleh karena itu, penyimpanan dilakukan pada suhu rendah (di lemari es) dan pemasakan yang tidak sampai menyebabkan perubahan warna pada makanan yang mengandung vitamin C¹. Salah satu buah yang mengandung vitamin C adalah buah nanas. Nanas merupakan salah satu jenis buah yang banyak diminati oleh masyarakat. Bentuknya bulat panjang, kulit buahnya bersisik. Kebutuhan vitamin C yang dianjurkan adalah sebesar 30-60 mg per hari, sedangkan rata-rata kecukupan vitamin C untuk keluarga adalah

sebesar $(53,7 \pm 2,2)$ mg. Sumber vitamin C yang penting di dalam makanan terutama berasal dari buah-buahan dan sayur-sayuran. Dalam suatu buah sumber vitamin C, kadar vitamin C yang lebih tinggi adalah pada bagian kulitnya dibandingkan bagian dagingnya dan bagian dari buah yang paling sedikit mengandung vitamin C adalah bijinya². Ada beberapa metode yang dikembangkan untuk menentukan kadar vitamin C, salah satunya adalah metode Spektrofotometri UV-Vis. Spektrofotometri UV-Vis dapat digunakan untuk informasi baik analisis kualitatif maupun analisis kuantitatif. Analisis kualitatif dapat digunakan untuk mengidentifikasi kualitas obat atau metabolitnya. Data yang dihasilkan oleh Spektrofotometri UV-Vis berupa panjang gelombang maksimal, intensitas, efek pH dan pelarut, sedangkan dalam analisis kuantitatif, suatu berkas radiasi dikenakan pada cuplikan (larutan sampel) dan intensitas sinar radiasi yang diteruskan diukur besarnya. Berdasarkan uraian latar belakang perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang analisis kadar vitamin C pada buah nanas dengan metode Spektrofotometri UV-Vis.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian pada latar belakang maka dapat diambil rumusan sebagai berikut:

- a. Bagaimana hasil pengendalian mutu penentuan vitamin C pada contoh nanas madu ditinjau dari aspek akurasi, presisi dan linieritas ?
- b. Berapakah kadar vitamin C pada contoh nanas madu?

1.3. Tujuan

Tujuan dari penelitian adalah

- a. Untuk menentukan hasil pengendalian mutu penentuan vitamin C pada contoh nanas madu ditinjau dari aspek akurasi, presisi dan linieritas.
- b. Untuk mengetahui kadar vitamin C pada contoh nanas madu?

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Pengertian

Nanas (**Ananas comocus**). Nanas merupakan salah satu tanaman buah yang banyak dibudidayakan di daerah tropis dan subtropics. Nanas adalah tanaman buah berupa semak yang memiliki nama ilmiah Ananas comosus. Memiliki nama daerah danas (Sunda) dan neneh (Sumatera). Dalam bahasa Inggris disebut pineapple dan orang-orang Spanyol menyebutnya pina. Nanas berasal dari Brasilia (Amerika Selatan) yang telah di domestikasi disana sebelum masa Colombus. Pada abad ke-16 orang Spanyol membawa nanas ini ke Filipina dan Semenanjung Malaysia, masuk ke Indonesia pada abad ke-15, (1599).

Tumbuhan nanas termasuk tumbuhan kering yang menyimpan air. Ananas comosus termasuk tumbuhan CAM. Pada pemasukan pendahuluan CO₂ kedalam asam organic, yang diikuti oleh transfer CO₂ kedalam siklus Calvin hanya dipisahkan sementara. Dan fiksasi carbon ke dalam asam organic terjadi pada malam hari dan sering disebut metabolisme asam krasulase sedangkan siklus Calvin pada siang hari. Tumbuhan seperti nanas ini membuka stomata malam hari dan menutup stomatanya siang hari dan pada. Sel mesofilnya menyimpan asam organik yang dibuatnya didalam vakuola saat malam hari sampai pagi (Yulianti, 2008).

Di Indonesia pada mulanya hanya sebagai tanaman pekarangan, dan meluas dikedirikan di lahan kering (tegalan) di seluruh wilayah nusantara. Tanaman ini kini dipelihara di daerah tropik dan sub tropik.

2.2 Manfaat Buah Nanas

1. Menu program diet

Mungkin banyak yang tidak mengetahui bahwa buah nanas dapat dijadikan sebagai menu dari program diet kita. Buah nanas sendiri mampu menurunkan berat badan sehingga akan membuat tubuh tampak langsing dan menjadi proporsional. Untuk mendapatkan hasil yang ideal,

nanas dapat digunakan pada program diet. Caranya dengan menjadikan buah nanas sebagai jus dan diminum 2 kali sehari secara rutin.

Maka anda akan mendapatkan tubuh langsing ideal yang di idamkan selama ini. Buah nanas dapat mengecilkan perut sekaligus mengencangkan perut. Memang buah nanas ini sangatlah efektif untuk program diet, namun tidak dianjurkan bagi penderita penyakit maag. Efek diet yang diberikan buah nanas sangatlah cepat untuk menurunkan berat badan.

2. Menguatkan tulang

Memang banyak sekali manfaat dari buah nanas, salah satunya adalah untuk menguatkan tulang karena di dalam buah nanas mengandung mangan di dalamnya yang dibutuhkan untuk membentuk struktur tulang agar lebih padat. Dengan mengkonsumsi buah nanas, bisa memperoleh 73% kebutuhan mangan dalam sehari.

Jadi tidak perlu menggunakan obat cacing lagi karena kandungan bahan-bahan yang terdapat di dalam obat cacing tersebut belum tentu dapat dicerna oleh perut anak-anak. Tidak hanya anak-anak, orang dewasa juga bisa terkena penyakit cacingan dan buah nanas ini juga dapat mengobati orang dewasa juga dengan cara yang aman, alami, dan cepat.

3. Mengobati asam urat

Ternyata dalam buah nanas memiliki enzim bromelain juga mengandung kandungan kalium yang membuat anas bersifat efektif dalam mengatasi masalah asam urat. Namun, buah nanas yang terlalu matang tidak dianjurkan untuk mengobati penyakit ini karena akan menaikkan kadar asam urat.

4. Mengatasi penyakit kulit

Ternyata buah nanas ini dapat mengatasi luka bakar, tidak hanya itu tetapi juga dapat mengatasi iritasi kulit, gatal, bisul, kulit bersisik atau kering dan radang kulit. Cara menggunakannya sangat mudah yaitu :

- parut nanas yang sudah dikupas dan dibersihkan
- kemudian balurkan hasil parutan tersebut ke area yang bermasalah
- diamkan beberapa saat lalu bersihkan dan keringkan

Berbeda caranya dengan untuk mengatasi radang kulit, yaitu pilihlah buah nanas yang sudah matang kemudian kupas dan cuci hingga bersih. Potong nanas tersebut menjadi 2 bagian, blender hingga halus. Gunakan nanas yang sudah di blender tadi menjadi lulur dan sedikit di gosok pada kulit yang bersisik/kering. Gunakan lulur nanas pada malam hari sebelum tidur dan bilas hingga bersih pada pagi hari.

5. Mengatasi gangguan pada lambung

Bagi anda yang cepat merasa kenyang atau kembung meskipun mengkonsumsi sedikit makanan. Buah nanas dapat mengatasi gangguan tersebut dengan cara membuatnya menjadi jus. Minum setengah jam sebelum anda memulai makan sebanyak 3 kali sehari. Lambung yang terasa penuh memang sangat mengganggu keseharian dan kesibukan anda karena pencernaan yang terganggu.

Namun sekarang tidak perlu khawatir akan masalah lambung penuh karena buah nanas ini dapat dengan cepat bereaksi untuk mengobati rasa mual akibat terganggunya pencernaan yang mengakibatkan lambung menjadi kembung dan terasa penuh walaupun hanya memakan sedikit saja.

6. Mencegah batuk, flu, dan demam

Di dalam buah nanas terkandung vitamin C yang cukup tinggi dan buah nanas mampu membantu memerangi virus penyebab flu yang ada didalam tubuh. Jika anda sedang menderita flu, buah nanas ini cukup efektif digunakan sebagai obat alami karena didalam buah nanas juga terkandung bromelain yang membantu melancarkan dahak.

7. Mengobati beri-beri

Mungkin banyak yang tidak tahu bahwa buah nanas juga bermanfaat untuk mengobati penyakit beri beri dengan cara dua buah nanas dikupas dan di cuci hingga bersih yang kemudian dihaluskan dengan menggunakan parutan atau juga bisa menggunakan blender, kemudian saring hasil parutan atau hasil blender nanas tersebut dan saring air dari buah nanas tersebut lalu minum air perasan nanas sebanyak dua kali sehari setelah selesai makan.

8. Mengatasi radang tenggorokan

Mudah sekali untuk seseorang terkena radang tenggorokan terutama anak-anak. Banyak penyebab terjadinya radang tenggorokan yang berasal dari bakteri dan virus yang masuk ke dalam tubuh melalui makanan maupun minuman bahkan bisa juga tersebar melalui udara. Buah nanas dapat menjadi obat untuk mengatasi penyakit ini dengan cara yang cukup mudah yaitu mengkonsumsi air perasan buah nanas atau bisa menjadikan buah nanas menjadi jus. Minum jus nanas atau air perasan nanas secara rutin sebanyak tiga kali sehari.

9. Melancarkan pencernaan

Susah buang air besar merupakan masalah yang paling sering dialami terutama pada anak-anak. Ternyata buah nanas dapat melancarkan pencernaan dan membuat kita terhindar dari susah buang air besar (BAB) atau sembelit. Untuk melancarkan BAB dengan buah nanas caranya siapkan tiga buah nanas yang sudah dibersihkan kulitnya dan dicuci bersih, kemudian parut atau blender hingga halus seperti bubur lalu ambil air perasan nanas yang sudah dihaluskan dan minum setengah gelas air perasan nanas sebanyak dua kali sehari.

10. Memperkuat sistem imunitas tubuh

Manfaat nanas muda selanjutnya adalah kandungan asam amino esensial maupun non-esensial. Kemudian dalam buah nanas ini juga

terdapat senyawa yang memang dikenal ampuh menguatkan kekebalan tubuh dan juga membantu tubuh mengatasi rasa lelah.



BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat

Alat alat yang digunakan sebagai berikut :

1. Spektrofotometer Uv-vis double beam
2. Gelas beaker 250 mL
3. Labu ukur 10 mL, 50 mL dan 100 mL
4. Pipet ukur 1 mL, 5 mL
5. Pipet Volume 5 mL
6. Kaca arloji
7. Spatula
8. Pipet tetes
9. Kuvet
10. Blender
11. Buret

3.2 Bahan

Bahan bahan yang akan digunakan :

1. Asam askorbat
2. Buah Nanas
3. Akuades bebas CO₂
4. Kertas saring
5. Tissue

3.3 Metode

3.3.1 pembuatan larutan baku

Asam askorbat ditimbang 100 mg kemudian dilarutkan dalam 100 mL akuades. dipipet larutan standar kafein tadi sebanyak 2,5 mL, dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL kemudian diencerkan dengan akuades hingga garis standar dan dihomogenkan

3.3.2 Penentuan panjang gelombang

Deteksi absorbansi larutan standar pada rentang panjang gelombang 200-300 nm dengan menggunakan instrument spektrofotometer uv-vis.

3.3.3 Pembuatan kurva standar

Pembuatan larutan standar dibuat dengan mengambil blangko 0,2 mL;0,4 mL;0,6 mL;0,8 mL;0,10 mL;dan 0,12 mL dari larutan standar asam askorbat 2,5 mL/25 mL.konsentrasi larutan standar yang diperoleh berturut-turut adalah 0, 2, 4, 6, 8, 10, dan 12 mg/L. masing-masing larutan standar dibaca tiga kali

3.3.4 Preparasi sampel

Sampel nanas dipotong kecil-kecil dan dihaluskan dengan menggunakan blender. Hasil yang telah dihaluskan disaring hingga didapat filtrat yang kemudian ditimbang sebanyak 5 gram. Filtrat dilarutkan dengan menggunakan akuades hingga 100 mL. Larutan diukur dengan spektrofotometer Uv-vis dengan panjang gelombang maksimum

3.3.5 Penentuan Presisi

Vitamin C dilakukan pengukuran ulang dengan tujuh kali pengulangan yang dibuat dari pengenceran larutan induk 100 ppm.. Konsentrasi yang diukur ialah 0,2,4,6,8,10,dan 12 mg/L dan larutan induk 100 ppm.Larutan standar vitamin C tersebut dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan dengan akuadest hingga tanda batas, lalu dihomogenkan. Masing-masing larutan dimasukkan kedalam kuvet dan dibaca dengan menggunakan spektrofotometri UV-Visibel.

Pengukuran dilakukan secara berulang kemudian dapat dicari rata rata absorbansi dari standar tersebut dan barulah dicari standar devisiasinya.

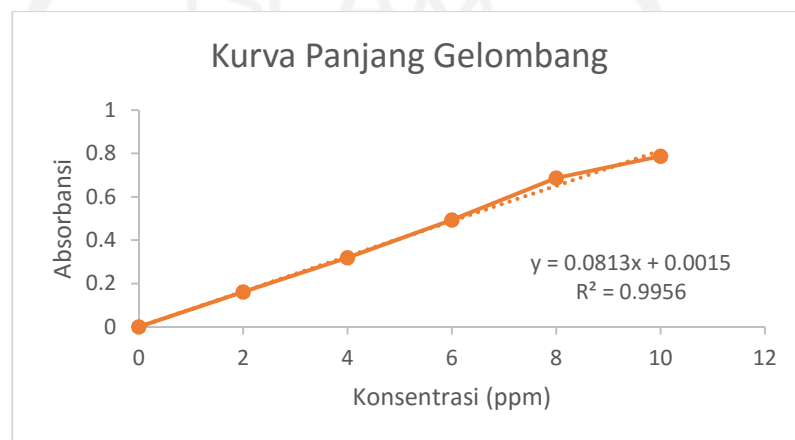
3.3.6 Famakope penentuan vitamin C

Penetapan kadar timbang 400mg. larukan dalam campuran 100 ml air bebas karbondioksida p dan 25 ml asam sulfat (10 % v/v) P. titrasi segera dengan Iodium 0,1 N menggunakan indikator larutan kanji P

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Optimasi panjang gelombang maksimum

Penentuan panjang gelombang maksimum dari vitamin C dilakukan dengan menggunakan larutan standar vitamin C pada konsentrasi 6 ppm dan diukur absorbansinya pada rentang panjang gelombang 160-800 nm.



Gambar 4.1 Kurva penentuan panjang gelombang maksimum

Menurut data hasil pengukuran dan grafik 4.1 diperoleh nilai panjang gelombang maksimum terjadi pada daerah panjang gelombang 266 nm dengan nilai absorbansi sebesar 0,788.

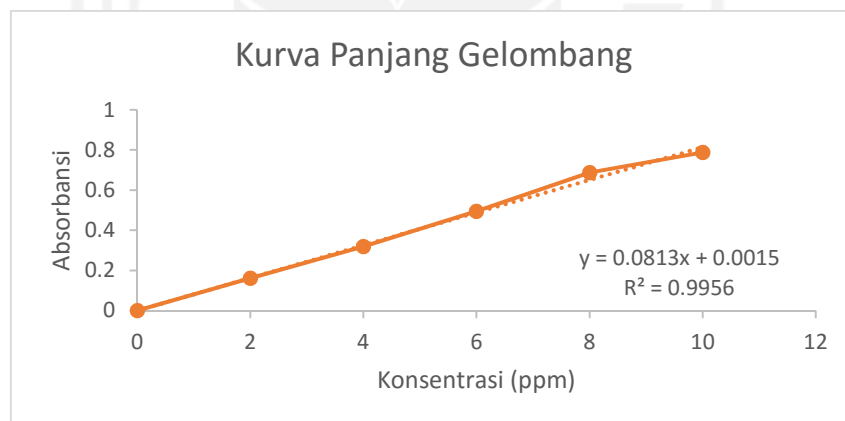
4.2. Linieritas

Linieritas adalah kemampuan metode analisis untuk menghasilkan respon yang sesuai terhadap konsentrasi analit yang terdapat didalam sampel pada kisaran yang ada. Penentuan linieritas kurva kalibrasi kafein baku standar dengan pelarut dan blanko akuades dilakukan dengan membuat deret standar dengan konsentrasi 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 mg/L dan diukur pada panjang gelombang maksimum 266 nm. Nilai absorbansi diperoleh dan kemudian diperoleh data konsentrasi versus absorbansi seperti pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Data Absorbansi Larutan Standar Vitamin C

No	Konsentrasi larutan standar vitamin C (mg/L)	Absorbansi
1	0	0,26
2	1	0,259
3	2	0,246
4	3	0,26
5	4	0,26
6	5	0,26
7	6	0,247
8	7	0,246
9	8	0,259
10	9	0,249
11	10	0,246

Berdasarkan data tabel 4.2 dibuat kurva hubungan antara absorbansi versus konsentrasi seperti ditunjukkan pada gambar 4.2.



Gambar 4.2 Kurva kalibrasi larutan standar kafein

Berdasarkan Gambar 4.2, diperoleh nilai koefisien determinasi (R^2) pada penentuan kadar vitamin C dalam buah nenas sebesar 0,9956. Nilai koefisien determinasi yang didapat mendekati satu dan sesuai dengan syarat keberterimaan yaitu nilai koefisien determinasi hasil uji linieritas adalah $> 0,9970$ (Chan, 2004).

4.3. *Limit of detection (LOD) dan limit of quantitaion (LOQ)*

LOD merupakan nilai konsentrasi analit terkecil yang mampu menghasilkan signal cukup besar sehingga mampu terdeteksi. LOQ adalah konsentrasi analit yang menghasilkan signal lebih besar dari blanko atau konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang masih bisa diukur dengan menggunakan presisi dan akurasi yang baik, sesuai kondisi prosedur yang telah disepakati (Riyanto, 2014). Nilai LOD dan LOQ penelitian yang menggunakan metode kurva kalibrasi merupakan nilai konsentrasi terkecil analit yang dapat diukur oleh instrument.

Penentuan LOD dan LOQ dengan blanko pada analisis kadar vitamin C dalam sampel buah nanas dengan spektrofotometri UV-Vis *double beam* didapatkan data sebagai berikut:

Tabel 4.2 Data hasil uji LOD dan LOQ larutan standar vitamin C dengan spektrofotometri UV-Vis

Konsentrasi standar	Absorbansi (Y)
0	0
1	0,26
2	0,259
3	0,246
4	0,26
5	0,26
6	0,247
7	0,246
8	0,259
9	0,249
10	0,246
$S_{y/x}$	0,0225
LOD	0,83077
LOQ	2,76923

Besarnya standar deviasi residual dapat dihitung dengan persamaan :

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y-y_i)^2}{n-2}}$$

Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh nilai limit deteksi pada penentuan larutan standar vitamin C dengan spektrofotometri UV-Vis adalah sebesar 3,1781 mg/L. Nilai ini menunjukkan jumlah analit terkecil yang masih dapat terukur oleh spektrofotometri UV-Vis. Jadi, untuk analisis kadar vitamin C dengan

spektrofotometri masih dapat terbaca serapannya dengan batas limit 3,1781 mg/L. Hasil limit kuantitasi yang diperoleh sebesar 0,9521 mg/L nilai ini menunjukkan kuantitas terkecil dari analit yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama.

4.4. Presisi

Presisi adalah suatu nilai yang menunjukkan kedekatan antara hasil uji satu dengan hasil uji lainnya dalam satu rangkaian pengujian. Presisi diukur sebagai simpangan baku atau simpangan baku relatif dan dapat dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Penelitian yang dilakukan saat ini merupakan presisi yang dinyatakan dalam keterulangan karena dilakukan pada sampel yang sama, analisis, peralatan, pereaksi, dan laboratorium yang sama pula secara berulang. Kriteria umum keberterimaan nilai presisi yaitu dengan memberikan nilai simpangan baku relatif (RSD) sesuai persyaratan yaitu apabila $\%RSD \leq 2\%$ atau $\%RSD < \%CV$ Horwitz. Namun kriteria ini fleksibel tergantung konsentrasi analit yang dianalisis, jumlah sampel dan kondisi laboratorium (Riyanto, 2014). Presisi penentuan kadar vitamin C dengan spektrofotometer UV-Vis ditunjukkan pada tabel 4.3.

Tabel 4.3 Data hasil pengujian kadar vitamin C dalam buah nanas dengan spektrofotometri UV-Vis

Konsentrasi contoh (x)	$x-\bar{x}$	$(x-\bar{x})^2$
1,5389	-0,0333	0,0011
1,6387	0,0665	0,0044
1,5389	-0,0333	0,0011
$\bar{X}=1,5722$		$\Sigma=0,0066$

Hasil uji presisi pada validasi metode penentuan kadar vitamin C dalam buah nanas ini adalah sebesar 3,66% sedangkan nilai $\%CV$ Horwitz diperoleh sebesar 14,94%. Menurut Harmita (2004), suatu metode pengujian dikatakan selektif jika metode memberikan nilai simpangan baku relatif ($\%RSD$) atau presisi sebesar $\leq 2\%$. Sedangkan menurut Kantasubrata (2011), syarat keberterimaan penentuan presisi dalam bentuk keterulangan (*repeatability*) yaitu, jika nilai $\%RSD$ lebih kecil atau sama dengan $\%CV$ Horwitz, sehingga bisa dikatakan

bahwa metode uji yang digunakan ini memiliki ketelitian yang tinggi dan bisa digunakan sebagai metode uji penentuan kadar vitamin C dalam buah nanas.

4.5. Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan nilai kedekatan hasil uji dengan kadar sebenarnya atau nilai acuan yang telah ditentukan (Ermer *and* Miller, 2006). Akurasi dapat ditentukan melalui dua cara, yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*). Perbedaan keduanya yaitu, metode simulasi dilakukan dengan cara menambahkan beberapa analit murni ke dalam plasebo (semua campuran *reagent* yang digunakan), kemudian campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar standar yang ditambahkan (kadar sebenarnya). Sedangkan metode adisi (penambahan baku), dilakukan dengan cara sampel dianalisis terlebih dahulu kemudian sejumlah tertentu larutan standar ditambahkan ke dalam sampel, dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (konsentrasi target). Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode adisi yaitu dengan menambahkan larutan standar ke dalam sampel dengan konsentrasi tertentu atau biasa disebut larutan spike. Konsentrasi yang ditambahkan adalah 100 mg/L sebanyak 0,4 mL ke dalam sampel 0,15 mL kemudian ditambah dengan akuades 9 mL.

Tabel 4.4. Data absorbansi dan konsentrasi contoh serta contoh spike pada pengujian vitamin C secara spektrofotometri UV-Vis

Data	Absorbansi		Rata-rata	Konsentrasi (mg/L)
Contoh Spike	0,333	0,332	0,332	6,4491
Contoh	0,086	0,091	0,086	1,5788
% Recovery	116,51%			

Hasil uji akurasi (% Recovery) penentuan kadar vitamin C dalam buah nanas yaitu sebesar 116,51%. Menurut Harmita (2004) nilai recovery yang diterima pada konsentrasi ppm yaitu 110-120%.

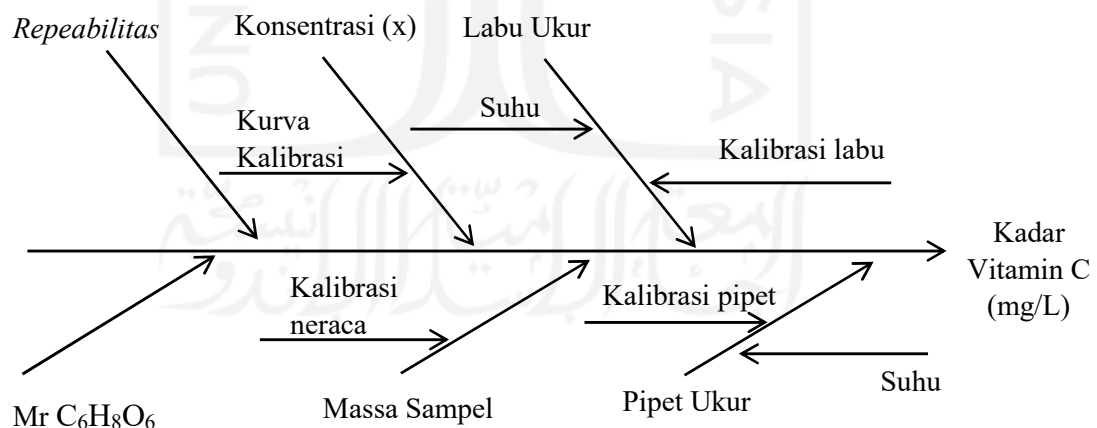
4.6. Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran merupakan tingkat kesalahan yang tidak diketahui yang tersisa dalam pengukuran (Riyanto, 2014). Terdapat tiga tahapan menentukan ketidakpastian yaitu ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas.

Rumus untuk menentukan kadar Vitamin C pada buah nanas untuk penelitian ini adalah

$$X = \frac{\text{Absorbansi} - \text{Intersep}}{\text{Slope}} \times \frac{\text{Volume total}}{\text{Volume pipet}}$$

Rumus penetapan kadar selanjutnya dijadikan dasar untuk membuat diagram tulang ikan sebagaimana tersaji pada gambar 4.3. Nilai ketidakpastian pengukuran pada pengujian vitamin C dipengaruhi oleh konsentrasi dari kurva kalibrasi, massa sampel buah nanas, volume pengambilan sampel yang terdiri dari pipet ukur 1 mL, pipet ukur 10 mL, volume total larutan yang terdiri dari labu ukur 10 mL, keterulangan (*repeatability*), berat molekul vitamin ($C_6H_8O_6$), dan kemurnian bahan.



Gambar 4.3 Diagram tulang ikan penentuan kadar vitamin C

Hasil perhitungan untuk ketidakpastian baku penentuan vitamin C dalam buah nanas disajikan melalui Tabel 4.5.

Tabel 4.5 Nilai estimasi ketidakpastian baku

No	Ketidakpastian Pengukuran asal	Nilai (x)	Satuan	($\mu(x)$)	($\mu(x)$)/x
1	Labu ukur	10	mL	0,0156	0,00156
2	Pipet ukur	1	mL	0,0036	0,0036
3	Pipet ukur	10	mL	0,0295	0,00295
4	Kurva kalibrasi	1,5722	ppm	0,0646	0,04109
5	Penimbangan	1,0012	g	0,0058	0,00593
6	Repeatabilitas	1	-	0,0333	0,0333
7	Mr C ₆ H ₈ O ₆	176,13	g/mol	0,001338	6,8901x10 ⁻⁶

Ketidakpastian baku kemudian digunakan untuk menentukan nilai ketidakpastian gabungan dan diperoleh nilainya sebesar 0,0851 mg/L. Berdasarkan ketidakpastian gabungan tersebut dengan menggunakan selang kepercayaan 95% sehingga faktor cakupan bernilai 2, maka ketidakpastian diperluas dari pengujian vitamin C dalam buah nanas diperoleh sebesar 0,1762 mg/L.

Tabel 4.6 Hasil nilai ketidakpastian kadar Vitamin C pada Buah Nanas

No	Sampel	Vitamin C	Estimasi ketidakpastian	Hasil analisis
1	Vitamin C	1,5722 mg/L	0,18 mg/L	1,57±0,18 mg/L

Penyumbang ketidakpastian terbesar berasal dari kurva kalibrasi sebesar 45%. Ketidakpastian asal yang lain sebagaimana tertuang di dalam tabel 4.7

Tabel 4.7 Kontribusi ketidakpastian pada pengujian Vitamin C pada Buah Nanas

Ketidakpastian asal	Ketidakpastian baku	Kontribusi
Labu ukur 10 mL	0,0156	10%
Pipet ukur 1 mL	0,0036	2%

Pipet ukur 10 mL	0,0295	19%	
Kurva Kalibrasi	0,0646	45%	
Neraca analitik	0,0058	0%	
Repeatabilitas	0,0333	21%	
Mr C₆H₈O₆	0,001338	3%	
Jumlah		$\bar{X} = 0,172738$	100%



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

- 1) Hasil validasi metode penentuan kadar vitamin C pada buah nanas adalah sebagai berikut :
 - a. Akurasi metode bagus dilihat dari %recovery yaitu sebesar 116,51% yang masuk dalam nilai rata-rata yang ditetapkan oleh (Harmita, 2004).
 - b. Nilai *linieritas* yang didapat dari koefisien determinasi (R^2) yaitu sebesar 0,9956 dan telah memenuhi persyaratan yang baik menurut (Chan, 2004).
 - c. Nilai LOD dan LOQ dari pengujian yang didapat adalah 0,83077 mg/L dan 2,7692 mg/L.
- 2) Kadar vitamin C pada Buah Nanas didapat nilai sebesar 3,1781 mg/L dengan nilai ketidakpastian pengukuran sebesar $\pm 0,18$ mg/L.
- 3) Kontribusi ketidakpastian terbesar adalah berasal dari konsentrasi kurva kalibrasi yaitu sebesar 45%.

5.2. Saran

Berdasarkan hasil penelitian, disarankan agar pada uji presisi sebaiknya dilakukan paling sedikit 6 kali pengulangan sampel atau 6 replika sampel yang dibuat untuk dilakukan uji presisi.

DAFTAR PUSTAKA

- Arpah, 1993, Pengawasan Mutu Pangan, Tarsito, Bandung.
- Bhara, M., 2009, Pengaruh Pemberian Kopi Dosis Bertingkat per Oral 30 Hari Terhadap Gambaran Histologi Hepar Tikus Wistar, *Laporan Akhir Karhya tulis Ilmiah*, Fakultas Kedokteran, Semarang : Universitas Diponegoro (Undip).
- Daswin, N. B. T., Samosir, N. E., 2013, Pengaruh Kafein Terhadap Kualitas Tidur Mahasiswa Fakultas Kedokteran Universitas Sumatra Utara, *E-Jurnal FK-USU*, 1, 1.
- Ermer, J., Miller, J. H. M., 2006. *Method Validation in Pharmaceutical Analysis : A guide to best practice*, John Wiley & Sons.
- Guide, E. C., 2000, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, Laboratory of the Government Chemist, London.
- Hadi, A., 2007, *Pemahaman dan Penerapan ISO/IEC 17025:2005 Persyaratan Umum kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi*, Jakarta : PT Gramedia Pustaka Utama.
- Harmita, H., 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Pharmaceutical Sciences and Research (PSR)*, 1(3), pp.117-135.
- Haryono, G., Sugiarto, B., Farid, H., Tanoto, Y., 2010, Ekstrak Bahan Alam sebagai Inhibitor Korosi, *Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan"*, 26 Januari 2010, Yogyakarta : ISSN 1693 – 4393, D09-3.
- Henry, A., Suryadi, M, T., Yanuar, A., 2002, Analisis Spektrofotometri UV-Vis pada Obat Influenza dengan Menggunakan Aplikasi Sistem Persamaan Linier, *Komputer dan Sistem Intelijen (KOMMIT 2002)*, 21-22 Agustus 2002, Jakarta: Universitas Gunadarma.
- Kantasubrata, J, K., 2011, Pelatihan Validasi dan Verifikasi Metode Pengujian, *Disampaikan dalam Pelatihan Validasi dan Verifikasi*. Badan Standardisasi Nasional.
- Mahaputra, Ayu, A. P., 2014, Persepsi terhadap Aksi Zat Psikoaktif pada Mahasiswa Peserta Program Studi Magister Psikologi dan Dokter Umum Peserta Program Internship, *Damianus Journal of Medicine*, 13.3, 173-182