

Validasi Metode Analisis Vitamin C Pada Buah Dan Keripik Nanas Secara Spektrofotometri Uv-Vis

Azlaini Yus Nasution¹, Denia Pratiwi², Yola Frimananda², Ardiansyah¹

¹Program Studi Farmasi, FKIK, Universitas Abdurrah, Jl. Riau Ujung No.73 Pekanbaru

²Program Studi Analisis Farmasi dan Makanan, FKIK, Universitas Abdurrah

Email: azlaini.yus@univrab.ac.id

Abstrak

Vitamin C banyak ditemukan dalam buah-buahan seperti pada buah nanas. Buah nanas dapat diolah menjadi berbagai jenis makanan olahan, salah satunya keripik nanas. Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode analisis vitamin C yang terdapat pada buah nanas dan keripik nanas. Penelitian ini menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis dengan beberapa tahap yaitu preparasi larutan induk, penentuan panjang gelombang maksimum, pembuatan kurva kalibrasi, dan pengukuran parameter validasi. Parameter validasi yang dilakukan meliputi uji stabilitas, akurasi, presisi, spesifisitas (selektivitas), linearitas dan rentang, batas deteksi serta batas kuantisasi. Hasil uji stabilitas pengukuran diperoleh pada menit ke 10 sampai 20. Rata-rata hasil uji akurasi buah nanas segar yaitu 98,4765%, sedangkan pada keripik nanas sebesar 80,7633%. Pada uji presisi dengan konsentrasi 5 bpj nilai SD = 0,0265 dan RSD = 5,8434%, konsentrasi 7 bpj nilai SD = 0,0173 dan RSD = 3,0647%, dan konsentrasi 9 bpj nilai SD = 0,02 dan RSD = 3,0520%. Hasil regresi linear pada uji linearitas adalah $y = 0,0809 x - 0,1239$ dan koefisien korelasinya $r = 0,9980$. Batas deteksi = 0,3708 bpj dan batas kuantitasi = 1,2361 bpj. Rata-rata kadar vitamin C pada buah nanas segar 10,8393 bpj pada keripik nanas 7,0692 bpj. Metode analisis vitamin C pada buah nanas dan keripik nanas secara spektrofotometri UV-Vis sudah tervalidasi.

Kata kunci : validasi, keripik nanas, vitamin C, spektrofotometri UV-Vis

Validation Of Vitamin C Analysis Method In Pineapple Fruit And Dried Pineapple By Uv-Vis Spectrophotometry

Abstract

Vitamin C is found in many fruits such as pineapple. Pineapple fruit can be processed into various types of processed food, one of which is pineapple chips. This study aims to obtain the validation results of the analysis method of vitamin C found in pineapples and pineapple chips. This research used the UV-Vis spectrophotometric method with several steps, namely the preparation of the mother liquor, measuring the maximum wavelength, making the calibration curve, and measuring the validation parameters.

The validation parameter in this method has a value that meets the requirements so that it can be accepted, namely the measurement stability test is obtained in 10 to 20 minutes. The average accuracy test result of fresh pineapple fruit is 98.4765%, while the pineapple chips are 80.7633%. In the precision test with a concentration of 5 ppm, the value of SD = 0.0265 and RSD = 5.8434%, the concentration of 7 ppm, the value of SD = 0.0173 and RSD = 3.0647%, and the concentration of 9 ppm, the value of SD = 0.02 and RSD = 3.0520%. The linear regression results in the linearity test were $y = 0.0809x - 0.1239$ and the correlation coefficient was $r = 0.9980$. Detection limit = 0.3708 ppm and limit of quantitation = 1.2361 ppm. Average levels of vitamin C in fresh pineapple fruit were 10.8393 ppm on pineapple chips 7.0692 ppm. The method of analysis of vitamin C on pineapple fruit and pineapple chips by UV-Vis spectrophotometry has been validated.

Keyword : validation, pineapple chips, vitamin C, spectrophotometry UV-Vis

Pendahuluan

Vitamin C adalah vitamin larut air yang memiliki peran sebagai antioksidan untuk meredam radikal bebas (Ansory, Binugraheni and Anas, 2016). Vitamin C juga berguna meningkatkan kekebalan tubuh terhadap serangan penyakit kardiovaskular, gangguan masalah prenatal, masalah mata, dan kesehatan kulit (Irianto, 2013). Kebutuhan vitamin C yang dianjurkan sebesar 30-60 mg per hari (Putri and Setiawati, 2015). Sumber vitamin C seperti jeruk, sirsak, jambu biji, mangga, nanas, dan lain-lain (Yuliarti, 2011).

Nanas adalah jenis buah yang mengandung vitamin C dan kandungan gizi sangat baik untuk kesehatan tubuh. Buah nanas ini juga bermanfaat melawan kanker, meningkatkan kekebalan tubuh, antiradang, baik untuk kesehatan pencernaan dan untuk kesehatan kulit. Buah nanas ini dapat diolah menjadi bahan makanan olahan yang bermacam-macam (Prasetio, 2015).

Salah satunya makanan olahan yang terbuat dari nanas yaitu keripik nanas. Keripik nanas adalah suatu makanan yang terbuat dari buah nanas masak dengan cara dipotong kemudian digoreng dengan minyak secara vakum (Asmawit, 2014). Setelah proses penggorengan vakum kadar vitamin C yang terdapat pada berbagai keripik seperti keripik pisang mengalami penurunan yang tidak terlalu tinggi, hal ini karena proses penggorengan vakum menggunakan suhu dan tekanan yang rendah (Nurainy et al., 2013). Keripik nanas ini juga dibuat dengan cara penggorengan vakum.

Metode untuk menentukan kadar vitamin C dapat menggunakan spektrofotometri. Penelitian terkait penetapan kadar pada buah-buahan secara spektrofotometri telah banyak dilakukan (Kurnia, Soemardi and Hartanti, 2009; Tarigan, 2013; Widiastuti, 2016; Hamid dan Amini, 2017; Pratiwi, 2017; Mulyani, 2018), tetapi penelitian tentang validasi

metode ini masih terbatas. Suatu metode analisis sebelum digunakan harus divalidasi terlebih dahulu yang bertujuan untuk menilai parameter-parameter tertentu dari percobaan laboratorium sehingga parameter tersebut dapat terbukti memenuhi syarat dalam penggunaannya (Harmita, 2015).

Tujuan penelitian untuk memvalidasi metode analisis vitamin C pada buah nanas dan keripik nanas. Parameter yang divalidasi meliputi uji stabilitas, akurasi, presisi, spesifisitas (selektivitas), linieritas dan rentang, batas deteksi serta batas kuantisasi.

Metode

Alat. Seperangkat spektrofotometer UV-Vis (T60U), timbangan analitik (Kern), pisau, dan alat-alat gelas.kimia.

Bahan. Buah nanas, keripik nanas, vitamin C (Merck), asam sitrat (Merck), air suling, kertas saring, dan aluminium foil.

Preparasi Larutan Induk. Larutan induk vitamin C dibuat dengan cara menimbang sebanyak 100 mg vitamin C dan dilarutkan dengan air suling hingga volume 1 L (diperoleh konsentrasi 100 bpj).

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum. Dilakukan dengan cara mengukur absorbansi larutan vitamin C 10 bpj pada rentang panjang gelombang 200 sampai 400 nm.

Pembuatan Kurva Kalibrasi. Dari larutan induk vitamin C diencerkan hingga diperoleh seri konsentrasi

sampai 9 ppm. Absorbansi setiap larutan hasil pengenceran diukur pada panjang gelombang maksimumnya.

Uji Stabilitas. Uji stabilitas yang dilakukan adalah uji stabilitas pengukuran. Larutan vitamin C dengan konsentrasi terkecil (5 ppm) diukur absorbansinya setiap 10 menit dan dilihat penurunannya selama rentang waktu 1 jam.

Uji Akurasi. Akurasi menggunakan teknik “spiking”. Larutan yang ditambahkan adalah larutan standar vitamin C 100 ppm.

Untuk sampel buah nanas segar. Nanas segar yang telah dihaluskan menggunakan lumpang, ditimbang sebanyak 5 gram, dilarutkan dengan akuades dalam labu ukur 100 mL dan ditambah larutan standar vitamin C sebanyak 20 mL. Kemudian larutan disaring dan hasil penyaringan dipipet 5 mL, lalu diencerkan sampai 100 mL. Dilakukan pengukuran absorbansi larutan ini dan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan.

Untuk sampel keripik nanas. Keripik nanas dihaluskan menggunakan lumpang dan ditimbang 5 gram. Dilarutkan dengan 100 mL akuades dan ditambah larutan standar vitamin C sebanyak 20 mL. Kemudian larutan disaring dan hasil penyaringan dipipet 5 ml, lalu diencerkan sampai 100 mL. Dilakukan pengukuran absorbansi larutan ini dan dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan

Uji Presisi. Pengujian dilakukan pada tiga konsentrasi 5 sampai 9 ppm dengan 6 kali pengulangan. Selanjutnya absorbansi diukur pada panjang gelombang maksimumnya. Ketelitian ditentukan dari simpangan baku (SD) dan % RSD.

Uji Linearitas dan Rentang. Penentuan linearitas dan rentang dilakukan dengan mengukur absorbansi larutan standar konsentrasi 5 sampai 9 ppm. Hasil pengukuran absorbansi dihitung dari persamaan garis (regresi linier) dan perhitungan koefisien korelasinya.

Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi. Batas deteksi dan batas kuantitasi dihitung dari persamaan garis regresi linier kurva kalibrasi yang diperoleh menggunakan rumus:

$$Q = \frac{k \times Sb}{S1}$$

Keterangan :

- Q = Batas deteksi atau Batas kuantitasi
- k = untuk batas deteksi bernilai 3 atau 10 bagi batas kuantitasi
- Sb = Simpangan baku respons analitik blanko

Uji Selektivitas. Uji dilakukan dengan cara menyiapkan larutan vitamin C dan asam sitrat masing-masing 10 ppm, kemudian absorbansinya diukur. Selanjutnya larutan vitamin C dan asam sitrat tersebut dicampur dan diukur kembali absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

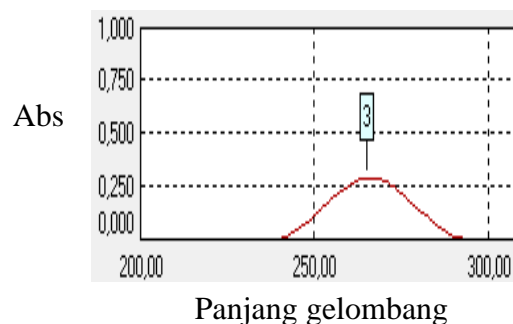
Penetapan Kadar Sampel buah nanas segar. Nanas segar dihaluskan menggunakan lumpang. Ditimbang 5 gram, dilarutkan hingga 100 mL dengan akuades. Larutan disaring, lalu filtrat dipipet 5 mL dan diencerkan sampai

volume 100 mL. Selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansi dengan alat spektrofotometer UV-Vis.

Penetapan Kadar Sampel keripik nanas. Keripik nanas dihaluskan dengan lumpang. Ditimbang 5 gram, dilarutkan hingga 100 mL dengan akuades. Larutan disaring, lalu filtrat dipipet 5 mL dan diencerkan hingga 100 mL. Selanjutnya dilakukan pengukuran absorbansi dengan alat spektrofotometer UV-Vis.

Hasil Dan Pembahasan

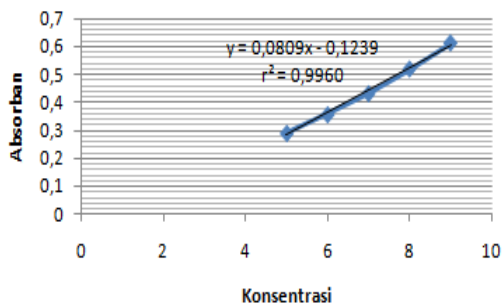
Penelitian ini dilakukan terlebih dahulu scanning panjang gelombang maksimum vitamin C yaitu didapatkan 265 nm dan absorbansinya 0,290. Hasil spektrum serapan dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektrum serapan panjang gelombang maksimum vitamin C

Panjang gelombang maksimum vitamin C di literatur adalah 265 nm, sehingga sesuai dengan hasil yang diperoleh (Farmakope Indonesia, 5th edn, 2015). Panjang gelombang dimana suatu zat memberikan penyerapan paling tinggi disebut panjang gelombang maksimum. Guna pengukuran dilakukan pada panjang gelombang maksimum yaitu kepekaan pengukuran maksimum,

bentuk kurva absorbansi disekitar panjang gelombang maksimum datar dan hukum Lambert-Beer terpenuhi, serta untuk mengurangi kesalahan pada pemasangan ulang panjang gelombang (Ibnu Golib Gandjar dan Abdul Rohman, 2012). Untuk hasil pengukuran kurva kalibrasi vitamin C dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Kurva kalibrasi baku vitamin C

Uji stabilitas dilakukan untuk mendapatkan data hasil analisis yang reproduisibel dan reliable pada sampel, reagen, dan baku yang dipakai pada waktu tertentu (Ermer dan Nethercote, 2015). Uji stabilitas yang dilakukan adalah uji stabilitas pengukuran yang ditentukan melihat hubungan antara waktu pengukuran dengan absorbansi

larutan. Hasil yang didapatkan yaitu pada menit 10 dan 20 dengan nilai absorbansi masih stabil yaitu pada nilai 0,313. Hasil uji stabilitas vitamin C dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengukuran absorbansi pada uji stabilitas

Waktu (menit)	Absorban
10	0,313
20	0,313
30	0,299
40	0,306
50	0,303
60	0,296

Akurasi dinyatakan sebagai persen recovery (perolehan kembali). Uji akurasi yang dilakukan dapat dilihat pada Tabel 2. Rata-rata hasil uji akurasi pada nanas segar yaitu 98,4765%. Hal ini sesuai dengan literatur yaitu syarat akurasi yang baik 98-102% (Harmita, 2015). Sedangkan rata-rata uji akurasi pada keripik nanas yaitu 80,7633%, lebih rendah dari persyaratan. Hasil uji akurasi ini dapat menggambarkan efektifitas proses ekstraksi.

Tabel 2. Hasil uji akurasi pada buah nanas segar dan keripik nanas

Sampel	Pengulangan	Absorban	Kadar (ppm)	Kadar (mg)	Kadar (%)	%Perolehan Kembali
Buah nanas segar	1	0,84	11,85	23,71	0,47	101,36
	2	0,83	11,79	23,58	0,47	95,18
	3	0,83	11,83	23,66	0,47	98,89
Rata-rata %Perolehan Kembali buah nanas segar						98,48
Keripik nanas	1	0,51	7,87	15,75	0,32	80,35
	2	0,51	7,85	15,70	0,31	77,88
	3	0,52	7,91	15,92	0,32	84,06
Rata-rata %Perolehan Kembali keripik nanas						80,77

Uji presisi dinilai dengan harga simpangan baku relatif (Relative Standard Deviation/RSD) pada sampel. Larutan konsentrasi 5 bpj didapatkan nilai SD yaitu 0,0265 dan nilai RSD yaitu 5,8434%. Pada konsentrasi 7 bpj didapatkan nilai SD yaitu 0,0173 dan nilai RSD yaitu 3,0647%. Pada konsentrasi 9 bpj didapatkan nilai SD yaitu 0,02 dan nilai RSD yaitu 3,0520%. Jadi nilai RSD pada konsentrasi 5 bpj sudah memenuhi syarat. Hal ini sesuai dengan literatur yaitu pada senyawa

yang mempunyai kadar sekelumit, nilai RSD harus berada di bawah 15% (Rohman, 2016). Hasil presisi terdapat pada Tabel 3.

Pada uji linearitas dan rentang didapatkan persamaan garis (regresi linier) $y = 0,0809x - 0,1239$ dan koefisien korelasinya (r) = 0,9980. Nilai koefisien korelasi (r) > 0,99 merupakan linearitas sangat baik (Kurniawati and Mita Riandini, 2019).

Tabel 3. Hasil uji presisi

Konsentrasi	Pengulangan	Absorban (X)	Rata-rata (Xi)	(Xi - X)	(Xi - X) ²	SD	RSD
5 ppm	1	0,436	0,4535	0,0175	0,0003	0,0265	5,8434
	2	0,467		-0,0135	0,002		
	3	0,447		0,0065	0,00004		
	4	0,463		-0,0095	0,0001		
	5	0,459		-0,0055	0,00003		
	6	0,449		0,0045	0,00002		
		2,721	0	0,0034			
7 ppm	1	0,547	0,5645	0,0175	0,0003	0,0173	3,0647
	2	0,549		0,0155	0,0002		
	3	0,552		0,0125	0,0002		
	4	0,573		-0,0085	0,0001		
	5	0,585		-0,0205	0,0004		
	6	0,581		-0,0165	0,0003		
		3,387	0	0,0015			
9 ppm	1	0,669	0,6553	-0,0137	0,0002	0,02	3,0520
	2	0,658		-0,0027	0,000007		
	3	0,667		-0,0117	0,0001		
	4	0,668		-0,0127	0,0002		
	5	0,656		-0,0007	0,0000005		
	6	0,614		0,0413	0,0017		
		3,932	-0,0002	0,0022			

Tabel 4. Hasil uji sampel buah nanas segar dan keripik nanas

Konsentrasi	Pengulangan	Absorban	Kadar (ppm)	Kadar (mg)	Kadar (%)
Buah nanas segar	1	0,768	11,0247	22,0494	0,4409
	2	0,758	10,9011	21,8022	0,4353
	3	0,733	10,5921	21,1842	0,4231
Keripik nanas	1	0,464	7,2670	14,534	0,2904
	2	0,435	6,9085	13,817	0,2763
	3	0,445	7,0321	14,0642	0,2813

Batas deteksi/Limit of Detection (LOD) adalah parameter validasi yang dilakukan untuk mengetahui jumlah terkecil analit pada sampel yang masih dapat terdeteksi. Batas kuantitasi/Limit of Quantitation (LOQ) adalah kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita, 2015). Batas deteksi pada metode ini adalah 0,3708 bpj. Nilai batas kuantitasi yaitu 1,2361 bpj. Nilai simpangan baku fungsi (Sxo) 0,1236 dan nilai koefisien variasi fungsi (Vxo) 1,77%.

Uji selektivitas dilakukan dengan cara mengukur vitamin C secara bersamaan dengan senyawa lain untuk melihat kemampuan metode analisis dalam mengukur sampel jika ada gangguan senyawa lain (Joachim Ermer and Phil Nethercote, 2015). Dalam hal ini, senyawa lain yang digunakan adalah asam sitrat. Panjang gelombang maksimum asam sitrat adalah 297 nm.

Hasil pengukuran kadar vitamin C pada buah nanas dan keripik nanas terdapat pada Tabel 4. Rata-rata kadar vitamin C pada sampel nanas segar

dengan tiga kali pengulangan adalah 10,8393 bpj (0,4331%) dan kadar rata-rata vitamin C pada sampel keripik nanas adalah 7,0692 bpj (0,2827%). Penurunan kadar ini dapat disebabkan oleh pengaruh suhu saat penggorengan keripik dan lama penyimpanan keripik, karena vitamin C sangat rentan terhadap kedua faktor tersebut (Manalu, 2011; Cresna, Napitupulu and Ratman, 2014; DEWI, 2014; Mulyani, 2018; Nasution et al., 2019).

Kesimpulan

Metode analisis vitamin C pada buah dan keripik nanas secara spektrofotometri UV-Vis sudah tervalidasi.

Daftar Pustaka

- A.B, S. S., Hamid, F. A. and Amini, R. (2017) 'Fisikokimia Dan Kandungan Vitamin C Pada Buah Tome-Tome (*Flacourtia Inermis*) Kota Ternate', *LINK*, 13(1), 57-60.
doi: 10.31983/link.v13i1.2187.
- Ansory, H. M., Binugraheni, R. and Anas, A. K. (2016) 'Penentuan Kadar

- Vitamin C dan Aktivitas Antioksidan Buah *Carica Vasconcellea cundinamarcensis* Wonosobo', *Jurnal Farmasi Indonesia*, 13(1), 58-63.
- Asmawit, H. (2014) 'Pengaruh Suhu Penggorengan dan Ketebalan Irisan Buah Terhadap Karakteristik Keripik Nanas Menggunakan Penggorengan Vakum', *Jurnal Litbang Industri*, 4(2), 115-121.
- Cresna, C., Napitupulu, M. and Ratman, R. (2014) 'Analisis Vitamin C Pada Buah Pepaya, Sirsak, Srikaya Dan Langsung Yang Tumbuh Di Kabupaten Donggala', *Jurnal Akademika Kimia*, 3(3), 58-65
- Dewi, S. E. (2014) 'Perbandingan Kadar Vitamin C, Organoleptik, Dan Daya Simpan Selai Buah Tomat (*Lycopersicum Esculentum*) Dan Pepaya (*Carica Papaya*) Yang Ditambahkan Gula Pasir', *Jurnal Ilmu dan Teknologi Pangan*.
- F. Nurainy, Siti N., Otik N., R. H. (2013) 'Pengaruh Konsentrasi CaCl₂ dan Lama Perendaman Terhadap Sifat Organoleptik Keripik Pisang Muli (*Musa Paradisiaca L.*) Dengan Penggorengan Vakum (Vacuum Frying)', *Jurnal Teknologi Industri dan Hasil Pertanian*, 18(1), 78-90.
- Farmakope Indonesia. 5th edn (2015). Jakarta: Departemen Kesehatan RI.
- Harmita (2015) Analisis Fisikokimia: Kromatografi. 2nd edn. Jakarta: EGC.
- Ibnu Golib Gandjar dan Abdul Rohman (2012) Analisis Obat Secara Spektroskopi dan Kromatografi. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Irianto, K. (2013) Solusi Sehat Peranan Vitamin dan Mineral Bagi Kesehatan. Bandung: Yrama Widya.
- Joachim Ermer and Phil Nethercote (ed.) (2015) Method Validation in Pharmaceutical Analysis: A Guide to Best Practice. 2nd edn. Germany: Wiley-VCH.
- Kurnia, N., Soemardi, E. and Hartanti, D. (2009) 'Evaluasi Kadar Vitamin C pada Buah Naga Putih (*Hylocereus undatus*) dan Buah Naga Kuning (*Selenicereus megalanthus*) Dengan 2,6 Diklorofenolindofenol', *PHARMACY*.
- Kurniawati, E. and Mita Riandini, H. (2019) 'Analisis Kadar Vitamin C Pada Daging Buah Kelengkeng (*Dimocarpus longan L*) Segar dan Daging Buah Kelengkeng Kaleng Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis', *J-HESTECH (Journal Of Health Educational Science And Technology)*. doi: 10.25139/htc.v2i2.2068.
- Manalu, R. D. E. (2011) 'Kadar Beberapa Vitamin pada Buah Pedada (*Sonneratia caseolaris*) dan Hasil Olahannya', *Teknologi Hasil Perairan*.
- Mulyani, E. (2018) 'Perbandingan Hasil Penetapan Kadar Vitamin C pada Buah Kiwi (*Actinidia deliciosa*) dengan Menggunakan Metode Iodimetri dan Spektrofotometri UV-Vis', *Jurnal Farmasi, Sains, dan Kesehatan*.
- Nasution, A. Y. et al. (2019) 'Perbandingan Kadar Vitamin C Pada Nanas Segar dan Keripik Nanas Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis', *JOPS (Journal Of Pharmacy and Science)*. doi: 10.36341/jops.v3i1.1067.
- Prasetio, B. (2015) Budi Daya Tanaman Buah Dalam Pot. Yogyakarta: Lily Publisher.
- Pratiwi, N. S. (2017) 'GAMBARAN KADAR VITAMIN C PADA BUAH CIPLUKAN (*Physalis angulata linn*)', *Journal of Chemical Information and Modeling*. doi: 10.1017/CBO9781107415324.004.
- Putri, M. P. and Setiawati, Y. H. (2015) 'Analisis Kadar Vitamin C Pada Buah Nanas Segar (*Ananas comosus (L.)*)

- Merr) dan Buah Nanas Kaleng Dengan Metode Spektrofotometri UV-VIS', Jurnal Wiyata.
- Tarigan, P. B. (2013) 'ANALISIS KADAR VITAMIN C PADA BUAH JERUK LEMON (citrus limon burn f)', Journal of Chemical Information and Modeling. doi: 10.1017/CBO9781107415324.004.
- Widiastuti, H. (2016) 'STANDARISASI VITAMIN C PADA BUAH BENGKUANG (Pachyrhizus erosus) SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-VIS', Jurnal Fitofarmaka Indonesia. doi: 10.33096/jffi.v2i1.182.
- Yuliarti, N. (2011) 1001 Khasiat Buah-Buahan. Yogyakarta: CV Andi Offset.