

## VALIDASI METODE ANALISIS KADMIUM, KROMIUM, TEMBAGA, NIKEL, DAN TIMBAL DALAM BUAH DENGAN *INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-ATOMIC EMISSION SPECTROSCOPY*

### INTISARI

Kadmium (Cd), kromium (Cr), tembaga (Cu), nikel (Ni), dan timbal (Pb) merupakan logam berat yang dapat terakumulasi dalam berbagai bahan pangan, termasuk buah. Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode analisis logam Cd, Cr, Cu, Ni, dan Pb dalam buah dengan *Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy* (ICP-AES). Sampel buah salak didestruksi dengan digesti basah menggunakan campuran asam nitrat-perklorat (1:1 v/v) dan pemanasan pada suhu 110-120°C sampai larutan menjadi jernih, diikuti dengan analisis logam menggunakan ICP-AES. Validasi metode analisis dilakukan dengan menentukan parameter linieritas, sensitivitas (LoD dan LoQ), ketelitian (*precision*), dan ketepatan (*accuracy*) sesuai panduan *International Conference on Harmonization* (ICH).

Metode analisis Cd, Cr, Cu, Ni, dan Pb menghasilkan kurva kalibrasi yang linier karena menghasilkan nilai  $r > 0,99$ . Batas deteksi (LoD) Cd, Cr, Cu, Ni, dan Pb berturut-turut adalah 0,0010 µg/mL, 0,0024 µg/mL, 0,0047 µg/mL, 0,0037 µg/mL, dan 0,0091 µg/mL, sedangkan batas kuantitasi (LoQ) Cd, Cr, Cu, Ni, dan Pb berturut-turut adalah 0,0030 µg/mL, 0,0073 µg/mL, 0,0143 µg/mL, 0,0113 µg/mL, dan 0,0274 µg/mL. Nilai RSD pada pengujian *repeatability* untuk Cd, Cr, Cu, Ni, dan Pb berturut-turut adalah 3,10%, 3,88%, 4,36%, 1,96%, dan 4,56%. Nilai RSD pada pengujian presisi antara untuk Cd, Cr, Cu, Ni, dan Pb berturut-turut adalah 3,92%, 6,87%, 4,63%, 3,56%, dan 5,77%. Nilai RSD yang diperoleh pada pengujian *repeatability* dan presisi antara telah memenuhi syarat karena lebih kecil daripada nilai batas maksimum penerimaan dalam Horwitz dan AOAC PVM. Nilai penetapan untuk penentuan ketepatan juga menghasilkan nilai % *recovery* berada dalam rentang yang diperbolehkan. Rerata nilai % *recovery* dari setiap level konsentrasi berkisar antara 94,08±8,49% hingga 97,30±2,12% untuk Cd, 85,13±4,53% hingga 96,62±3,58% untuk Cr, 99,02±7,11% hingga 104,28±4,84% untuk Cu, 89,43±0,73% hingga 92,19±3,00% untuk Ni, dan 99,43±2,00% hingga 100,71±1,96% untuk Pb. Hal ini menunjukkan bahwa ICP-AES dapat digunakan untuk penetapan kadar Cd, Cr, Cu, Ni, dan Pb dalam buah.

**Kata kunci:** logam berat, buah, validasi, ICP-AES

## **ANALYTICAL METHOD VALIDATION OF CADMIUM, CHROMIUM, COPPER, NICKEL, AND LEAD IN FRUIT BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-ATOMIC EMISSION SPECTROSCOPY**

### **ABSTRACT**

Cadmium (Cd), chromium (Cr), copper (Cu), nickel (Ni), and lead (Pb) are heavy metals which can accumulate in various foodstuffs, including fruits. This study aims to validate analytical method of Cd, Cr, Cu, Ni and Pb metals in fruit by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy (ICP-AES). Samples of fruits digested by wet digestion method using nitric-perchloric acid mixture (1: 1 v / v) and heated at 110-120°C until the solution became clear, followed by metals analysis using ICP-AES. Analytical method validation has been done by determining the parameters of linearity, sensitivity (LoD and LoQ), precision, and accuracy according to the International Conference on Harmonization (ICH) guideline.

The analytical method of Cd, Cr, Cu, Ni and Pb generated linear calibration curves with good coefficient of correlation ( $r > 0,99$ ). The limit of detection (LoD) values were found to be 0,0010 µg/mL (Cd), 0,0024 µg/mL (Cr), 0,0047 µg/mL (Cu), 0,0037 µg/mL (Ni), and 0,0091 µg/mL (Pb), whereas the limit of quantitation (LOQ) values for Cd, Cr, Cu, Ni and Pb were 0,0030 µg/mL, 0,0073 µg/mL, 0,0143 µg/mL, 0,0113 µg/mL, and 0,0274 µg/mL, respectively. The RSD values obtained for repeatability were 3,10% for Cd, 3,88% for Cr, 4,36% for Cu, 1,96% for Ni, and 4,56% for Pb. The RSD values obtained for intermediate precision were 3,92% (Cd), 6,87% (Cr), 4,63% (Cu), 3,56% (Ni), and 5,77% (Pb). The RSD values obtained in the repeatability and intermediate precision tests were lower than the maximum acceptable RSD values in Horwitz and AOAC PVM. The % recovery values obtained in determination of accuracy were within the acceptable recovery percentage range. The mean % recovery values of each concentration level were ranging between  $94.08 \pm 8.49\%$  and  $97.30 \pm 2.12\%$  for Cd,  $85.13 \pm 4.53\%$  and  $96.62 \pm 3.58\%$  for Cr,  $99.02 \pm 7.11\%$  and  $104.28 \pm 4.84\%$  for Cu,  $89.43 \pm 0.73\%$  and  $92.19 \pm 3.00\%$  for Ni, and  $99.43 \pm 2.00\%$  and  $100.71 \pm 1.96\%$  for Pb. Those indicated that the ICP-AES can be used to analyze Cd, Cr, Cu, Ni, and Pb in the fruit.

**Keywords:** heavy metals, fruit, validation, ICP-AES