

**VALIDASI METODE ANALISIS FOSFOR DAGING AYAM DAN SUSU SAPI
SEGAR DENGAN DESTRUKSI MICROWAVE DAN SPEKTROFOTOMETRI
MIKROPLATE UV-VIS**

*Validation of Analysis Methods for Phosphorus in Chicken Meat and Fresh Cow's
Milk Using Microwave Destruction and Spectrophotometry Microplate UV-VIS*

***Ikhwan Hadian¹; Siska Devi Kusumawati²; Settings Nurlatifah³; Muhammad Rio
Rafif⁴; Rina Ispitasari⁵.**

¹²³⁴⁵Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta

***Corresponding Author. Email: hadianto@mail.ugm.ac.id**

ABSTRAK

Kandungan fosfor pada pangan asal ternak merupakan indikator penting nilai gizi dan keamanan pangan. Penelitian ini memvalidasi metode analisis fosfor pada daging ayam dan susu sapi segar menggunakan destruksi basah berbasis *microwave digestion* dan *spektrofotometri mikroplate UV-Vis* dengan prinsip pembentukan kompleks molibdenum biru oleh asam askorbat pada panjang gelombang 880 nm. Kinerja metode dievaluasi mengacu pada ISO/IEC 17025:2017. Evaluasi kinerja metode meliputi linieritas dan rentang linier, sensitivitas meliputi batas deteksi (LOD) dan batas kuantifikasi (LOQ), presisi meliputi keterulangan dan presisi antara serta akurasi sesuai ISO 17025. Kurva kalibrasi menunjukkan linieritas baik pada rentang 2–12 ppm ($r^2 = 0,998$). Nilai LOD dan LOQ berturut-turut sebesar 0,29 dan 0,97 mg/L untuk daging ayam, serta 0,17 dan 0,57 mg/L untuk susu sapi. Uji presisi menghasilkan RSD keterulangan dan presisi antara berturut-turut 2,00% dan 2,18% untuk daging ayam, serta 2,62% dan 2,14% untuk susu sapi. Uji akurasi ditentukan melalui perolehan kembali analit menunjukkan nilai 97,14% untuk daging ayam dan 103,15% untuk susu sapi. Hasil ini membuktikan bahwa metode yang divalidasi memenuhi kriteria penerimaan ISO 17025. Metode ini memiliki linieritas, sensitivitas, presisi, dan akurasi yang dapat digunakan untuk analisis rutin fosfor pada matriks daging dan susu.

Kata kunci: Fosfor, daging ayam, susu sapi, validasi metode, *spektrofotometri UV-Vis*

ABSTRACT

Phosphorus content in animal-derived foods is an important indicator of nutritional value and food safety. This study validated a method for phosphorus analysis in chicken meat and fresh cow's milk using wet digestion based on microwave digestion and microplate UV-Vis spectrophotometry with the principle of molybdenum blue complex formation by ascorbic acid at a wavelength of 880 nm. Method performance was evaluated according to ISO/IEC 17025:2017. The validation parameters included linearity and linear range, sensitivity comprising the limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ), precision comprising repeatability and intermediate precision, as well as accuracy. The calibration curve showed good linearity within the range of 2–12 ppm ($r^2 = 0.998$). The LOD and LOQ values were 0.29 and 0.97 mg/L for chicken meat, and 0.17 and 0.57 mg/L for cow's milk, respectively. Precision testing resulted in repeatability and intermediate precision RSDs of 2.00% and 2.18% for chicken meat, and 2.62% and 2.14% for cow's milk. Accuracy, determined by recovery analysis, showed values of 97.14% for chicken meat and 103.15% for

cow's milk. These results demonstrate that the validated method meets the acceptance criteria of ISO/IEC 17025. The method provides acceptable linearity, sensitivity, precision, and accuracy, and can be applied for routine phosphorus analysis in meat and milk matrices.

Keywords: Phosphorus, chicken meat, cow's milk, method validation, UV-Vis spectrophotometry

PENDAHULUAN

Fosfor (P) merupakan salah satu makro mineral esensial yang berperan penting dalam berbagai fungsi biologis, termasuk pembangunan struktur tulang dan gigi, metabolisme energi melalui adenosin trifosfat (ATP), serta regulasi sistem enzim dan fungsi seluler lainnya ([Institute of Medicine, 1997](#)). Produk pangan asal hewan seperti daging ayam dan susu sapi merupakan sumber protein hewani utama dalam pola konsumsi masyarakat. Keberadaan fosfor dalam daging dan susu menjadi indikator penting kualitas gizi dan bioavailabilitasnya ([Zhao et al., 2014](#); [Wilson et al., 2023](#)). Asupan fosfor yang memadai diperlukan untuk menjaga keseimbangan kalsium dan fosfor di dalam tubuh. Bioavailabilitas fosfor dipengaruhi oleh bentuk kimia, komposisi matriks pangan, dan interaksi dengan komponen lain. Informasi akurat mengenai kadar fosfor sangat penting untuk pengendalian mutu pangan, penetapan label gizi, serta pemenuhan persyaratan regulasi pemerintah.

Spektrofotometri UV-Vis berbasis metode asam askorbat merupakan teknik analisis yang banyak digunakan untuk penentuan fosfor karena sensitivitasnya yang tinggi, prosedur yang relatif sederhana, serta biaya yang lebih rendah dibandingkan dengan instrumen lain seperti *inductively coupled plasma optical emission spectrometry* atau *mass spectrometry* (ICP-OES/MS) ([Squadrone et al., 2010](#); [Grasshoff et al., 1999](#)). Pemanfaatan spektrofotometer mikroplate memungkinkan pengukuran simultan dengan volume reagen minimal, sehingga meningkatkan efisiensi waktu dan sumber daya.

Preparasi sampel merupakan tahap krusial dalam analisis mineral pada matriks pangan. Destruksi menggunakan *microwave digestion* menjadi teknik yang semakin diandalkan karena keunggulannya mempercepat waktu destruksi, menggunakan reagen dalam jumlah sedikit, meminimalkan risiko kontaminasi, serta menghancurkan matriks secara menyeluruh dibandingkan metode pencernaan basah konvensional ([Miller et al., 2022](#); [Kumar et al., 2023](#)). Pengaturan suhu dan tekanan yang terkontrol pada proses destruksi memungkinkan pemecahan bahan organik secara efisien serta menjaga integritas analit, sehingga sesuai untuk analisis fosfor dalam matriks biologis yang kompleks ([Taylor et al., 2018](#)).

Suatu metode analisis dapat diterima secara ilmiah maupun legal apabila telah melalui proses validasi sesuai standar [ISO/IEC 17025:2017](#). Parameter validasi meliputi linearitas dan rentang linier, sensitivitas (batas deteksi dan batas kuantitasi), presisi (keterulangan dan presisi antara), serta akurasi melalui uji perolehan kembali (*recovery*) ([Eurachem, 2014](#); [ISO, 2017](#)). Berdasarkan hal tersebut, dilakukan penelitian dengan tujuan untuk memvalidasi metode *spektrofotometri mikroplate UV-Vis* dalam penentuan kadar fosfor pada daging ayam dan susu sapi segar dengan preparasi sampel menggunakan *microwave digestion*, berdasarkan parameter validasi sesuai ISO/IEC 17025:2017. Hasil validasi diharapkan dapat mendukung tersedianya metode yang andal dan aplikatif untuk pengujian kadar fosfor pada pangan asal hewan.

MATERI DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan meliputi timbangan analitik *Mettler-Toledo* (GmbH, Greifensee, Swiss), peralatan gelas (labu ukur, erlenmeyer, pipet volumetrik, mikropipet Eppendorf), *close microwave digestion* tipe *MARS 6 iWave* (CEM), tabung teflon *polytetrafluoroethylene* (PTFE) vessel, *vortex mixer* (DLab), *tube mill* (IKA), dan *Multiskan Sky Microplate spektrofotometer* (ThermoFisher). Sampel berupa daging ayam dan susu sapi segar diperoleh dari peternak lokal di Kabupaten Sleman. Peralatan gelas disikat menggunakan sabun, dibilas dengan air demineralisasi, lalu dikeringkan. Tabung PTFE vessel dibersihkan menggunakan larutan HNO_3 50% selama 10 menit pada suhu 175°C (Adams *et al.*, 2010).

Bahan kimia yang digunakan meliputi air bebas ion (Milli-Q 7003), asam nitrat (HNO_3) 65% for analysis EMSURE (Merck), ammonium molibdat ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, Merck), *L-ascorbic acid* (SRL), kalium antimonil tartarat ($\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$, Merck), serta larutan standar fosfor 1000 mg/L (Merck-SRM).

Preparasi sampel

Sebanyak 1 g daging ayam atau 10 mL susu sapi dimasukkan ke dalam tabung PTFE vessel, kemudian ditambahkan 10 mL HNO_3 65%. Sampel diinkubasi selama 15 menit pada suhu ruang untuk predigesti, lalu didestruksi menggunakan *microwave digestion*.

Destruksi basah menggunakan *close microwave digestion*

Proses destruksi dilakukan sesuai metode standar CEM untuk matriks pangan (CEM, 2020). Program *microwave* terdiri dari dua tahap: (1) pemanasan hingga mencapai 200°C dalam 15 menit, dan (2) *hold* pada 200°C selama 15 menit. Setelah destruksi, larutan didinginkan, dipindahkan ke labu ukur 50 mL, lalu diencerkan dengan air bebas ion hingga tanda batas. Preparasi

blanko dilakukan dengan prosedur yang sama tanpa penambahan sampel.

Pembuatan pereaksi molibdat-antikmon (P pekat)

Sebanyak 12 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dilarutkan dalam 100 mL air bebas ion, kemudian ditambahkan perlahan 140 mL H_2SO_4 pekat, dan 0,275 g $\text{K}(\text{SbO})\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. Larutan diencerkan hingga 1 L dengan air bebas ion, dihomogenkan, dan disimpan dalam botol gelap.

Pembuatan pereaksi pewarna fosfor (P)

Sebanyak 0,53 g asam askorbat ditimbang dan dilarutkan dalam labu ukur 500 mL. Kemudian ditambahkan 50 mL larutan P pekat, diencerkan dengan air bebas ion hingga tanda batas, dihomogenkan, dan disimpan dalam botol gelap. Larutan ini harus digunakan segera untuk mencegah degradasi.

Validasi Metode

Linieritas

Linearitas metode ditentukan dengan menyiapkan larutan standar fosfor pada tujuh konsentrasi berbeda, yaitu 0 mg/L, 2 mg/L, 4 mg/L, 6 mg/L, 8 mg/L, 10 mg/L, dan 12 mg/L. Larutan standar fosfor induk dengan konsentrasi 100 mg/L dibuat dengan mengencerkan 5 mL larutan standar fosfor 1000 mg/L ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambahkan air bebas ion hingga tanda batas. Setiap larutan standar pada konsentrasi yang telah ditentukan disiapkan melalui pengenceran yang sesuai. Absorbansi larutan standar diukur menggunakan *mikroplate spektrofotometer UV-Vis* pada panjang gelombang 880 nm. Pengukuran dilakukan dalam triplikat untuk memperoleh data yang representatif. Nilai absorbansi yang diperoleh kemudian digunakan untuk membuat kurva kalibrasi dengan memplot konsentrasi larutan standar terhadap absorbansi. Linearitas dinilai berdasarkan koefisien korelasi (r), dengan kriteria $r > 0,99$ agar metode dapat

dinyatakan linier pada rentang konsentrasi yang diuji (AOAC, 2012).

Sensitivitas

Penentuan LOD dan LOQ dilakukan berdasarkan analisis blanko matriks sampel yang telah diencerkan. Blanko matriks disiapkan menggunakan sampel yang telah diencerkan sehingga memberikan respon absorbansi yang kecil. Pengukuran blanko matriks dilakukan sebanyak 10 kali secara berulang menggunakan prosedur analisis yang sama dengan sampel, yaitu penambahan pereaksi P sebanyak 9 mL pada 1 mL blanko matriks, dihomogenkan kemudian didiamkan selama 30 menit. Absorbansi diukur dengan *mikroplate spektrofotometer UV-Vis* pada panjang gelombang 880 nm. Nilai LOD dan LOQ dihitung menggunakan rumus berikut (Squadrone et al., 2010) :

$$\text{LOD} = \frac{3,3 \times SB}{\text{slope } (b)}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times SB}{\text{slope } (b)}$$

Presisi

Presisi keterulangan dievaluasi dengan melakukan 10 kali pengulangan analisis pada sampel daging ayam dan susu sapi. Pengujian dilakukan dalam kondisi yang sama, oleh operator yang sama, serta menggunakan peralatan dan prosedur analisis yang konsisten. Presisi antara diuji dengan melakukan analisis pada sampel yang sama sebanyak 10 kali pengulangan pada hari yang berbeda dan oleh teknisi yang berbeda. Metode dan instrumen yang digunakan sama dengan uji keterulangan. Presisi dinyatakan memenuhi kriteria apabila nilai *relative standard deviation* (RSD) hasil pengukuran tidak melebihi 2/3 RSD Horwitz yang dihitung menggunakan persamaan Horwitz (Horwitz et al., 1980; Horwitz & Albert, 2006). Perhitungan presisi dilakukan dengan rumus sebagai berikut:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (xi - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\frac{SD}{\bar{x}} \times 100$$

$$\% \text{ CV Horwitz} = (2^{1-0,5 \log C})$$

Keterangan:

SD = Standard Deviasi konsentrasi sampel
 $\bar{x}$ = Rata-rata konsentrasi ulangan pengujian
 n = jumlah pengulangan uji
 C = Konsentrasi rata-rata dari 10 kali pengujian

Akurasi

Akurasi metode diuji melalui uji pemulihan (*recovery test*) dengan menambahkan standar fosfor pada sampel matriks daging ayam dan susu sapi. Konsentrasi standar fosfor yang ditambahkan adalah 50%, 100%, dan 150% dari konsentrasi target masing-masing sampel, yaitu 4,24 mg/L untuk daging ayam dan 2,61 mg/L untuk susu sapi. Setiap level spiking dianalisis sebanyak tiga kali pengulangan.

Prosedur analisis dilakukan dengan menambahkan 9 mL pereaksi pewarna P ke dalam 1 mL sampel blanko matriks yang telah ditambahkan standar fosfor, kemudian dihomogenkan dan didiamkan selama 30 menit. Absorbansi larutan diukur menggunakan *mikroplate spektrofotometer UV-Vis* pada panjang gelombang maksimum 880 nm. Persentase akurasi (% *Recovery*) dihitung dengan rumus :

$$\% R = \frac{c2 - c1}{s} \times 100$$

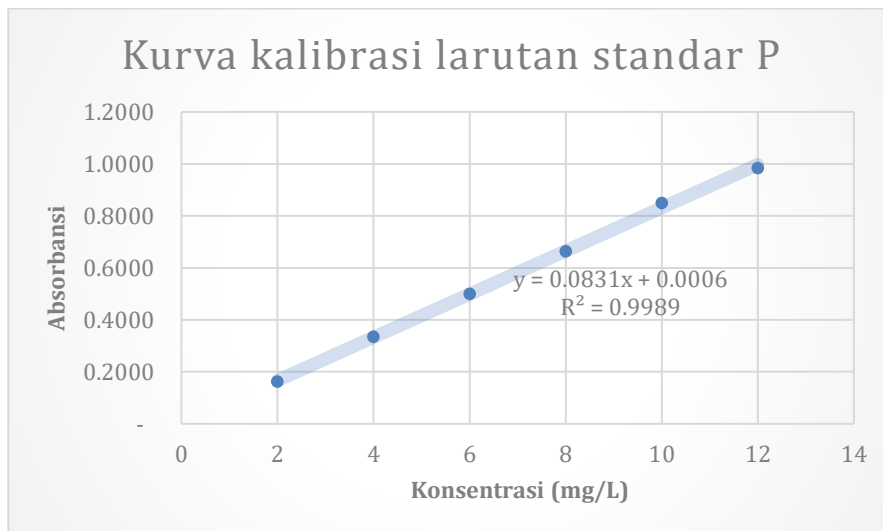
Keterangan:

R = Perolehan kembali (% *Recovery*)
 S = Kadar analit yang ditambahkan pada sampel
 c1 = Konsentrasi sampel
 c2 = Konsentrasi campuran sampel dan analit

Syarat keterbacaan % *recovery* mengacu pada AOAC (2016) yang dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Keberterimaan recovery (%)

Konsentrasi	Keberterimaan recovery (%)
100%	98-102
10%	98-102
1%	97-103
0,1%	95-105
100 mg/kg	90-107
10 mg/kg	80-110
1 mg/kg	80-110
100 ug/kg	80-110
10 ug/kg	60-115
1 ug/kg	40-120



Gambar 1. Kurva kalibrasi larutan standar fosfor

HASIL DAN PEMBAHASAN

Linieritas

Uji linieritas dilakukan untuk menilai kemampuan suatu metode analisis dalam menghasilkan data yang sebanding dengan konsentrasi analit pada sampel. Pengujian ini dilakukan dengan membuat kurva kalibrasi yang memplotkan konsentrasi terhadap nilai absorbansi dimana diperoleh persamaan regresi

$y=bx+a$ beserta nilai koefisien determinasinya (r^2). [Taverniers et al., \(2004\)](#) menekankan bahwa validasi metode analisis harus mencakup penilaian linieritas sebagai bagian dari jaminan mutu laboratorium analitik. Hasil pengukuran linieritas dapat dilihat pada [Tabel 2](#).

Tabel 2. Hasil pengukuran uji linieritas

Paremeter	Nilai
Rentang linier	2-12 mg/L
Koefisien determinasi (r^2)	0.998
Slope	0.0831
Intercept	0.0006

Pengujian linieritas dilakukan untuk memastikan bahwa respon absorbansi

berbanding lurus dengan konsentrasi fosfor pada rentang pengukuran yang ditetapkan.

Hasil pengujian menunjukkan bahwa hubungan antara konsentrasi standar fosfor 2–12 mg/L dan absorbansi pada panjang gelombang 880 nm menghasilkan persamaan regresi $y=0.0831x+0.0006$ dengan koefisien determinasi (r^2)=0.998 (Tabel 2). Nilai tersebut melebihi persyaratan minimal $r^2 \geq 0.995$ yang direkomendasikan BSN (2017) maupun pedoman Eurachem (1998), sehingga dapat dikatakan bahwa metode yang telah dilakukan memberikan respon yang sangat baik dan konsisten pada seluruh titik kalibrasi yang digunakan. Berdasarkan hasil yang didapatkan, metode *mikroplate spektrofotometri UV-Vis* yang digunakan dapat memberikan respon yang akurat pada kisaran konsentrasi fosfor 2–12 mg/L dan persamaan regresi yang diperoleh dapat diaplikasikan untuk menghitung kadar fosfor dalam sampel daging ayam maupun susu sapi sehingga meminimalkan kesalahan kuantifikasi pada analisis.

Sensitivitas

Batas Deteksi (LOD)

Sensitivitas metode dianalisis melalui penentuan batas deteksi (*Limit of Detection/LOD*). LOD didefinisikan sebagai konsentrasi terendah analit yang masih dapat dideteksi oleh instrumen, namun belum dapat diukur secara kuantitatif dengan tingkat presisi dan akurasi yang memenuhi kriteria validasi metode (Eurachem, 1998).

Hasil validasi menunjukkan bahwa batas deteksi (LOD) metode *spektrofotometri mikroplate UV-Vis* yang diterapkan pada matriks daging ayam adalah 0,29 mg/L, sedangkan pada matriks

susu sapi sebesar 0,17 mg/L. Nilai ini berada jauh di bawah konsentrasi terendah sampel yang dianalisis (2 mg/L), sehingga menunjukkan bahwa metode ini memiliki sensitivitas yang memadai untuk mendeteksi fosfor pada kadar rendah. Menurut Eurachem (1998) kriteria keberterimaan LOD yang baik adalah apabila nilainya cukup kecil sehingga dapat menjangkau konsentrasi target yang relevan dengan tujuan analisis. Dengan demikian, LOD yang diperoleh dalam penelitian ini memenuhi persyaratan validasi metode dan mendukung keandalan deteksi awal fosfor pada sampel pangan hewani.

Batas Kuantifikasi (LOQ)

Batas kuantifikasi adalah konsentrasi terendah analit yang dapat diukur secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima (ICH, 2005). Sama seperti LOD, penentuan LOQ menggunakan pendekatan standar deviasi (SD) blanko dan slope kurva kalibrasi. Hasil perhitungan menunjukkan LOQ metode ini sebesar 0.97 mg/L pada daging ayam dan 0,57 mg/L pada susu sapi (Tabel 3). Nilai yang didapatkan lebih rendah dibandingkan dengan konsentrasi terendah sampel (2 mg/L), yang menandakan bahwa metode ini mampu melakukan pengukuran kuantitatif fosfor pada seluruh rentang konsentrasi yang dianalisis. Menurut AOAC (2016), LOQ yang baik seharusnya berada di bawah atau setara dengan konsentrasi target analisis, sehingga metode dapat memberikan hasil kuantitatif yang valid.

Tabel 3. Data LOD dan LOQ Fosfor

Sampel	Batas Deteksi (LOD)	Batas Kuantifikasi (LOQ)
Daging Ayam	0,29 mg/L	0,97
Susu Sapi	0,17 mg/L	0,57

Nilai LOD dan LOQ yang relatif kecil ini membuktikan bahwa metode *spektrofotometri mikroplate UV-Vis*, memiliki sensitivitas tinggi dan layak diterapkan untuk analisis fosfor dalam

berbagai matriks pangan hewani, termasuk daging ayam dan susu sapi. Kondisi ini sangat penting dalam analisis laboratorium, terutama untuk memastikan bahwa kadar

fosfor yang rendah sekalipun dapat terdeteksi dan diukur dengan baik.

Presisi

Presisi metode dievaluasi melalui uji keterulangan (presisi dalam kondisi sama) dan presisi antara (presisi antar

hari/operator). Pengukuran presisi merupakan salah satu parameter kunci dalam validasi metode analisis yang menggambarkan kedekatan hasil ulangan dari pengukuran suatu sampel homogen dalam kondisi tertentu, dinyatakan dalam bentuk RSD (%) (AOAC, 2016).

Tabel 4. Data Presisi Fosfor Daging Ayam dan Susu Sapi

Parameter	Konsentrasi (mg/L)	RSDa (%)	2/3 RSDH (%)	Keterangan
Keterulangan daging ayam	4,09	2,00	8,70	Diterima
Presisi antara daging ayam	4,40	2,18	8,53	Diterima
Keterulangan susu sapi	4,08	2,62	8,63	Diterima
Presisi antara susu sapi	4,37	2,14	8,54	Diterima

Keterangan : RSDa : RSD analisis; RSD_H : RSD Horwitz

Presisi keterulangan menunjukkan tingkat kedekatan hasil pengukuran ketika analisis dilakukan berulang kali dalam kondisi yang sama, yaitu instrumen, analisis, laboratorium, dan waktu yang sama. Presisi antara menunjukkan kesesuaian hasil analisis pada kondisi berbeda dengan menggunakan instrumen, sampel dan personel yang sama namun dilakukan pada waktu yang berbeda. Parameter tersebut penting untuk menilai ketahanan metode terhadap variasi operasional sehari-hari. Evaluasi dalam penentuan presisi antara juga dievaluasi menggunakan RSD (%) dan dibandingkan dengan nilai 2/3 RSD Horwitz sebagai batas penerimaan (Thompson, 2000; Horwitz & Albert, 2006).

Berdasarkan data hasil pengujian pada Tabel 4, diperoleh nilai RSD hitung keterulangan dan presisi antara adalah 1,36% dan 2,18% untuk daging ayam dan 1,87% dan

2,14% untuk susu sapi. Nilai tersebut masih berada dibawah nilai 2/3 RSD Horwitz yaitu : 8,57; 8,48; 8,60; dan 8,48%. Nilai RSD untuk keterulangan dan presisi antara telah memenuhi persyaratan untuk kadar fosfor dengan level konsentrasi analit 2-12 ppm. Pengujian presisi dapat dinyatakan baik apabila besarnya %RSD kurang dari atau sama dengan 2/3 CV (Horwitz & Albert, 2006). Nilai RSD hasil penelitian memiliki nilai yang jauh lebih rendah dibandingkan RSD Horwitz, menunjukkan bahwa metode yang digunakan memiliki presisi yang sangat baik. Metode analisis fosfor yang telah dilakukan dapat dinyatakan memiliki presisi yang baik dan memenuhi persyaratan (ISO/IEC 17025:2017).

Akurasi

Akurasi merupakan ukuran kedekatan antara hasil analisis dengan nilai rujukan atau nilai sebenarnya.

Tabel 5. Data Recovery (%)

Sampel	Konsentrasi spiking (mg/L)	Recovery (%)	Recovery rata-rata (%)
Daging ayam	2,12	99,61	97,14
	4,24	94,04	
	6,36	97,77	
	1,30	104,07	
Susu sapi	2,60	107,77	103,15
	3,90	97,60	

Akurasi metode diuji dengan *recovery test* pada tiga level konsentrasi

penambahan fosfor (spiking) yaitu 50%, 100% dan 150%. Hasil uji akurasi pada

penelitian yang telah dilakukan, menunjukkan bahwa nilai akurasi untuk daging ayam adalah 97,14%, dan pada susu sapi segar berkisar 103,15% (Tabel 5).

Menurut AOAC (2016), kriteria penerimaan akurasi pada konsentrasi analit 1–10 mg/L atau mg/kg adalah 80–110%,

sementara pada konsentrasi yang lebih tinggi diperbolehkan pada kisaran 85–110%. Nilai tersebut berada dalam rentang yang direkomendasikan AOAC (2016), yaitu (80–110%) untuk analisis unsur mineral, sehingga metode dapat dinyatakan memiliki akurasi yang sangat baik.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa :

1. Metode analisis fosfor pada daging ayam dan susu sapi menggunakan destruksi *microwave* dan *spektrofotometri mikroplase UV-vis* menghasilkan linieritas

baik, sensitivitas cukup baik, presisi yang baik dan akurasi yang dapat diterima.

2. Metode yang divalidasi pada penelitian ini dapat digunakan untuk penentuan kadar fosfor pada sampe daging ayam dan susu sapi.

DAFTAR PUSTAKA

- Adams, C. D., Scanlan, P. A., & Secrist, N. D. (2010). *Cleaning laboratory glassware for trace element analysis*. Environmental Monitoring and Assessment, 165(1–4), 337–345. <https://doi.org/10.1007/s10661-009-0945-7>
- AOAC International. 2012. *Guidelines for Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals*. AOAC International, Gaithersburg, MD, USA.
- AOAC International. 2016. *Official Methods of Analysis of AOAC International, 20th Edition*. Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements. Rockville, MD, USA.
- BSN (Badan Standardisasi Nasional). 2017. SNI ISO/IEC 17025:2017 Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi. Badan Standardisasi Nasional, Jakarta.
- CEM. 2020. *Application Note: Sample preparation of food using MARS 6 microwave digestion system*. CEM Corporation.
- Eurachem. 2014. *The fitness for purpose of analytical methods: A laboratory guide to method validation and related topics*. 2nd ed. Teddington (UK)
- Grasshoff, K., Kremling, K., & Ehrhardt, M. 1999. *Methods of Seawater Analysis* (3rd ed.). Wiley-VCH.
- Horwitz, W., & Albert, R. (2006). *The Horwitz ratio (HorRat): A useful index of method performance with respect to precision*. Journal of AOAC International, 89(4), 1095–1109. <https://doi.org/10.1093/jaoac/89.4.1095>
- ICH. (2005). *Validation of Analytical Procedures: Text and Methodology Q2(R1)*. International Conference on Harmonisation, Geneva.
- Institute of Medicine. 1997. *Dietary Reference Intakes for Calcium, Phosphorus, Magnesium, Vitamin D, and Fluoride*. National Academy Press.

- ISO. (2017). *ISO/IEC 17025:2017 - General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*. International Organization for Standardization.
- Kumar, V., Sharma, A., & Srivastava, S. 2023. *Advances in microwave digestion techniques for food and environmental analysis*. Food Chemistry, 402, 134210.
- Miller, J., Brown, R., & Taylor, A. 2022. *Sample preparation using microwave-assisted digestion in food analysis*. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 153, 116667.
- Squadrone, S., Brizio, P., Abete, M. C., & Zanardi, E. 2010. *Determination of phosphorus in food samples by UV-Vis spectrophotometry*. Food Chemistry, 123(4), 1264–1267.
- Taverniers, I., De Loose, M., & Van Bockstaele, E. (2004). *Trends in quality in the analytical laboratory, II: analytical method validation and quality assurance*. Trends in Analytical Chemistry, 23(8), 535–552
- Taylor, A., Branch, S., Halls, D. J., & Patriarca, M. 2018. *Microwave digestion in elemental analysis*. In *Sample Preparation for Trace Element Analysis* (pp. 153–178). Elsevier.
- Thompson, M. 2000. *Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in analytical chemistry*. Analyst, 125: 385–386.
- Wilson, D., Zhu, J., & Guo, J. 2023. *Phosphorus bioavailability and nutritional implications in food systems*. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 63(12), 1725–1740.
- Zhao, Y., Martin, B. R., Weaver, C. M. 2014. *Calcium and phosphorus bioavailability in dairy foods*. Nutrition Research Reviews, 27(2), 182–189.