

Analisis Kadar Logam Besi dalam Susu Bubuk Formula Kehamilan Secara Spektrofotometri Serapan Atom

Analysis of Iron Metals in the Formula of Pregnancy Milk Powder by Atomic Absorption Spectrophotometry

^{1*}I Wayan Sudiarta, ¹Oka Ratnayani, ¹Ayu Kadek Veliyana

¹Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Udayana, Bukit Jimbaran, Bali, Indonesia
^{*)}Email : wayansudiarta@unud.ac.id

ABSTRAK

Logam besi merupakan jenis mineral yang sering ditambahkan ke dalam produk susu kehamilan untuk memenuhi angka kecukupan gizi dan nutrisi bagi ibu dan janin. Analisis kadar logam besi (Fe) pada susu bubuk formula "A" dan "B" menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (AAS) dengan teknik kurva kalibrasi. Preparasi sampel menggunakan metode destruksi kering melalui pengabuan sampel pada suhu 420°C dan destruksi basah menggunakan asam kuat HNO₃ dan HCl pekat untuk melarutkan sampel. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kadar besi pada susu "A" dan "B" dengan metode destruksi kering dan basah secara berturut-turut 247,97 ± 0,98 mg/kg dan 397,40 ± 13,31 mg/kg untuk sampel A, 284,96 ± 4,08 mg/kg dan 517,72 ± 12,00 mg/kg untuk sampel B. Hasil validasi metode menunjukkan bahwa metode destruksi kering relatif lebih baik digunakan untuk analisis logam Fe dibandingkan dengan metode basah dengan prosentase *recovery* (akurasi) dan simpangan baku (presisi) 100,95 ± 0,031% dan 1,00% untuk sampel susu A, 96,79 ± 0,021% dan 0,54% untuk sampel susu B. Sedangkan dengan metode destruksi basah diperoleh prosentase *recovery* (akurasi) dan simpangan baku (presisi) sebesar 98,41 ± 0,67% dan 2,43% untuk sampel susu A, 93,81 ± 0,110% dan 3,20% untuk sampel B.

Kata kunci: Logam besi, Destruksi Basah, Destruksi kering, Susu bubuk kehamilan

ABSTRACT

The iron metal is a type of mineral that is often added to pregnancy dairy products to meet the number of nutritional adequacy and nutrition for the mother and fetus. Analysis of iron (Fe) contain in milk powder of formula "A" and "B" using by atomic absorption spectrophotometry method (AAS) with calibration curve technique. Sample preparation using dry destruction was carried out by ashing the sample at 420 °C and wet destruction using the concentrated nitric and chloride acid to dissolve the sample. The results showed that iron content in milk "A" and "B" with dry destruction methods was 246.48 ± 0.99 mg / kg and 283.93 ± 4.08 mg / kg and with wet destruction of 216.66 ± 6.44 mg / kg and 257.36 ± 2.28 mg / kg. The result of method validation showed that dry destruction method was better than wet method with recovery percentage (accuracy) and standard deviation (precision) 100,95 ± 3,10% and 0,41% for milk "A", 96,76 ± 1 , 76% and 1.43% for milk "B". While the wet destruction method obtained the percentage of recovery (accuracy) and standard deviation (precision) of 97.80% ± 2.00 and 3.39% for milk "A", and 93.31% ± 0.93 and 2.34 for milk "B".

Key words: Iron metal, Wet Destruction, Dry destruction, Milk powder pregnancy

PENDAHULUAN

Susu kehamilan merupakan salah satu produk alternatif yang dapat digunakan sebagai pemenuh gizi selama masa kehamilan. Menurut Wahyudi (2006) sebagian besar

produk susu bubuk mengandung nilai gizi yang kompleks, seperti mineral mikronutrien dan makronutrien. Logam Fe berperan penting dalam proses pertumbuhan dan perkembangan bayi serta menjaga kesehatan ibu hamil.

Zat besi (Fe) merupakan mineral esensial mikro yang berperan penting bagi tubuh. Zat besi (Fe) merupakan mineral esensial mikro yang sangat diperlukan dalam tubuh. Rendahnya asupan zat besi pada ibu hamil akan memicu terjadinya anemia defisiensi zat besi (Prawirohardjo, 2009). Defisiensi zat besi dapat menyebabkan kematian dan prematur pada bayi (Stipanuk, 2001). Zat besi (Fe) dalam tubuh digunakan untuk mensintesis hemoglobin dalam darah sehingga konsentrasi hemoglobin tetap terjaga (Mandriwati, 2008).

Analisis logam Fe oleh Harurani (2011) pada susu kental manis kemasan kaleng dengan metode destruksi basah secara Spektrofotometri Serapan Atom (*Atomic Absorption Spectrophotometry*, AAS) diperoleh konsentrasi Fe berturut-turut 0,930 mg/kg; 0,695 mg/kg dan 0,845 mg/kg untuk 3 jenis sampel susu. Berdasarkan SNI 3752: 2009 metode destruksi kering dan destruksi basah dapat digunakan untuk analisis logam dalam susu berbentuk bubuk.

Menurut Sumardi (1981) metode destruksi kering kurang baik digunakan untuk analisis dibandingkan dengan destruksi basah, karena pemakaian suhu tinggi selama proses pengabuan dapat menyebabkan kehilangan unsur. Penentuan metode terbaik dalam analisis dilakukan melalui validasi metode dengan beberapa parameter uji seperti uji akurasi, presisi, linieritas dan penentuan limit deteksi (*LoD*). Analisis logam Fe dalam susu bubuk dengan kedua metode tersebut dilakukan menggunakan AAS pada panjang gelombang 248,33 nm.

METODE

Alat dan Bahan

Alat dan bahan dalam penelitian ini antara lain: Spektrometer Serapan Atom *Shimadzu AA-7000* yang dilengkapi dengan lampu katoda Fe, neraca analitik digital *Shimadzu ATY224* dengan ketelitian 0,1 mg-220 g, *hot plate*, tanur, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ buatan *Ajax Chemicals*, $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ buatan *Merck*, HCl 37% dengan *grade pro analyst* buatan *Mallinckrodt*, HNO_3 65% dengan *grade pro analyst* buatan *Merck*, alkohol 96% buatan *Merck*, aquademin (*Brataco*) dan susu

bubuk formula khusus kehamilan, susu "A" dan susu "B".

Metode Penelitian

Destruksi Kering

Sampel susu ditimbang dengan teliti dalam cawan porselin sebanyak 0,5000 g, kemudian diarangkan dengan pemanas listrik sambil ditambahkan 1 mL $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 10 % dan dilanjutkan pemanasan sampai terbentuk karbon dan tidak berasap lagi (Manurung dkk., 2014). Pengabuan dilanjutkan pada suhu 420 °C dengan menggunakan tanur/furnace sampai karbon menjadi abu berwarna putih (abu tidak mengandung karbon). Apabila abu masih mengandung karbon (berwarna abu-abu) ditetesi dengan HNO_3 pekat 3 mL lalu dikeringkan dan kembali diabukan pada suhu 420 °C hingga dihasilkan abu berwarna putih. Abu putih dilarutkan dengan 3 mL HCl dan dipanaskan sampai kering dengan penangas listrik, kemudian ditambahkan 5 mL larutan HNO_3 0,1 M untuk melarutkan abu, larutan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu ukur 25 mL dan diencerkan dengan aquademin sampai tanda batas (SNI 01-2970-2009).

Destruksi Basah

Sampel susu ditimbang dengan teliti sebanyak 0,5000 g, kemudian dimasukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL dan ditambahkan 15 mL HNO_3 pekat, larutan didiamkan selama 15 menit. Selanjutnya dipanaskan selama 15 menit dengan penangas listrik. Pemanasan dilanjutkan sampai volume HNO_3 1,5-3 mL atau sampel mulai kering namun belum terbentuk arang, kemudian sampel ditambah HCl pekat sebanyak 12,5 mL dan dipanaskan kembali selama 15 menit sampai letupan dari uap Cl_2 berhenti, pemanasan ditingkatkan sampai sisa volume 3-5 mL, sampel mendidih dilarutkan dengan 10 mL aquademin, diaduk dan dituangkan ke dalam labu ukur 25 mL, Erlenmeyer dibilas dengan 5 mL aquademin dan larutan diencerkan sampai tanda batas (SNI 3752; 2009).

Pembuatan Kurva Kalibrasi Logam Fe

Seri larutan standar Fe dengan konsentrasi 0,0; 4,0; 8,0; 16,0; dan 32,0 ppm diukur absorbansinya pada panjang gelombang

Fe 248,33 nm menggunakan spektrofotometer serapan atom Simadzu AA-7000. Kurva kalibrasi dibuat dengan memplot konsentrasi larutan standar Fe dan absorbansi hasil pengukuran.

Penentuan Kadar Fe dalam Susu

Kadar logam Fe dalam sampel susu bubuk formula A dan B ditentukan dengan cara mengukur absorbansi larutan sampel susu "A" dan susu "B" pada panjang gelombang maksimum logam Fe (248,33 nm) kemudian nilai absorbansi dimasukkan ke dalam persamaan regresi linier logam Fe untuk ditentukan kadarnya.

Validasi Metode Spektrofotometri Serapan Atom

Uji Linieritas

Uji linieritas metode destruksi kering dan basah ditentukan dengan cara mengukur absorbansi larutan sampel Fe tanpa dan dengan penambahan standar Fe konsentrasi 0; 2; 4; dan 8 mg/L, kemudian dibuat kurva hubungan antara konsentrasi hasil pengukuran (x_1) dan konsentrasi sampel dengan penambahan standar (x_2). Koefisien korelasi hasil pengukuran diperoleh melalui persamaan regresi linier sebagai berikut:

$$y = a + bx$$

Uji Limit Deteksi (LoD)

Limit deteksi (LoD) pada penentuan kadar logam Fe ditentukan melalui data uji linieritas yang didapat dari respons blanko. Selanjutnya dihitung rerata dan standar deviasi dari kadar-kadar tersebut. Nilai LoD diperoleh dari persamaan:

$$LoD = 3x \frac{Sb}{b}$$

Keterangan:

- Sb : Simpangan baku,
b : slope/kemiringan
 LoD : batas deteksi

Uji Akurasi

Akurasi ditentukan dengan menambahkan sejumlah standar Fe ke dalam sampel susu A dan B masing-masing sebanyak 0; 2; 4; 8 mL larutan standar Fe 500 mg/L kemudian didestruksi kering maupun basah. Ulangan sebanyak tiga kali. Absorbansi logam

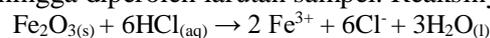
Fe dalam sampel diukur dengan AAS dan ditentukan % *recovery*nya.

Uji Presisi

Presisi metode destruksi kering dan basah ditentukan melalui penghitungan nilai koefisien variasi (KV) atau % RSD (*Relative Standar Deviation*) sampel susu A dan B dari data uji akurasi.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Destruksi sampel susu A dan susu B dilakukan dengan metode destruksi kering dan destruksi basah. Destruksi kering dilakukan dengan pengabuan sampel susu A dan susu B pada suhu 420 °C dalam tanur. Pemanasan pada suhu tinggi ini mengakibatkan senyawa-senyawa organik yang terkandung dalam susu, seperti protein, lemak, karbohidrat dan senyawa lainnya terurai menjadi gas CO₂, CO, NO, N₂O, dan H₂O, sedangkan mineral mineral dalam susu berubah menjadi oksidanya, misalnya mineral besi akan berubah menjadi besi oksida, Fe₂O₃. Oksida-oksida logam ini dilarutkan dengan asam sehingga diperoleh larutan sampel. Reaksinya:



Destruksi basah dilakukan dengan mereaksikan sampel susu dengan asam oksidator dan asam kuat disertai dengan pemanasan. Menurut Vogel (1979) logam Fe dapat larut dengan baik dalam HNO₃ pekat menghasilkan gas nitrogen oksida (NO) dan Fe³⁺ dengan reaksi:



Kadar besi dalam susu A dan susu B yang dipreparasi dengan metode destruksi kering dan destruksi basah dianalisis menggunakan AAS dengan metode kurva kalibrasi. Hasil analisis tersaji dalam Tabel 1.

Tabel 1. Kadar Logam Fe dalam Sampel Susu Bubuk dengan Metode Destruksi Kering dan Basah.

Sampel	Kadar logam Fe (mg/kg)	
	Destruksi Kering	Destruksi Basah
Susu A	247,97 ± 0,98	297,40 ± 13,31
Susu B	284,96 ± 4,05	517,72 ± 12,00

Kadar logam Fe dalam susu A dan B menggunakan metode destruksi kering lebih

kecil dibandingkan dengan menggunakan destruksi basah. Hal ini dapat disebabkan oleh adanya kehilangan unsur selama proses pengabuan sampel akibat pemakaian suhu tinggi.

Hasil analisis dengan kedua metode tersebut menunjukkan bahwa kadar logam Fe sesuai dengan aturan yang ditetapkan oleh SNI, karena konsentrasi logam berada pada rentang yang telah dipersyaratkan. Menurut SNI (7148-2005) kadar logam Fe yang diperbolehkan dalam minuman khusus ibu hamil berbentuk bubuk adalah minimal 100 mg/kg. Kandungan Fe dalam susu A dan susu B juga sesuai dengan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 33 Tahun 2013 tentang pengawasan minuman khusus ibu hamil dan atau menyusui yang mana disebutkan bahwa batas kandungan mineral Fe yang wajib ada dalam minuman khusus ibu hamil dan/atau ibu menyusui sebesar 100-330 mg/kg.

Uji linieritas dari kedua metode destruksi terdapat dalam Tabel 2.

Tabel 2. Koefisien Korelasi (R^2) Analisis Sampel Susu A dan B dengan Metode Destruksi Kering dan Basah

Sampel	Koefisien Korelasi (R^2)	
	Destruksi Kering	Destruksi Basah
Susu A	0,9992	0,9985
Susu B	0,9999	0,9996

Berdasarkan Tabel 2 di atas nilai R^2 yang dihasilkan pada sampel susu dengan menggunakan metode destruksi kering dan basah berturut-turut 0,9992 dan 0,9985 untuk sampel A, dan 0,9999 dan 0,9991 untuk sampel B. Nilai R^2 yang dihasilkan sesuai dengan syarat keterterimaan yaitu $> 0,99$ (Chan & Zhang, 2004). Demikian juga, menurut Miller dan Miller (2000) harga koefisien korelasi (r) ini sebaiknya $> 0,99$. Sehingga kedua metode dapat digunakan dalam analisis logam pada sampel susu A dan B khusus kehamilan.

Nilai limit deteksi (LoD) untuk pengujian logam Fe pada metode destruksi kering dan basah adalah 0,3556 mg/L dan 0,2026 mg/L untuk sampel A, 0,1163 mg/L dan 0,3795 mg/L untuk sampel B. Konsentrasi

logam Fe pada nilai tersebut masih dapat terukur oleh alat. Nilai LoD logam Fe dengan metode destruksi kering lebih kecil dibandingkan dengan destruksi basah. Semakin kecil nilai LoD dalam suatu pengukuran, maka sensitifitas metode semakin baik untuk analisis zat tersebut. Sehingga secara LoD metode destruksi kering relatif lebih baik digunakan untuk analisis logam Fe dibandingkan dengan destruksi basah.

Akurasi metode destruksi diketahui dari nilai % *recovery* logam Fe dengan metode destruksi basah maupun destruksi kering. Akurasi dapat diterima jika nilai % *recovery* suatu standar antara 80-120%, jika komponen yang dianalisis merupakan *trace analysis* maka prosentase *recovery* yang disyaratkan adalah 100 ± 20 % (Sumardi, 2002). Hasil pengukuran % *recovery* Logam Fe pada sampel susu A dan susu B, baik dengan metode destruksi basah maupun kering disajikan dalam Tabel 3. Data pada Tabel 3 menunjukkan bahwa % *recovery* logam Fe dengan metode destruksi kering dan basah secara berturut-turut adalah $100,91 \pm 0,031$ % dan $98,43 \pm 0,067$ % untuk sampel susu A, dan $96,49 \pm 0,035$ %, dan $93,82 \pm 0,110$ % untuk sampel susu B.

Setelah dilakukan uji-t pada tingkat kepercayaan 95% dengan 4 derajat bebas ($N-1$) adalah 2,776, diperoleh nilai $t_{hitung} > t_{tabel}$ untuk sampel susu A dan B. Hasil uji-t menunjukkan kedua metode destruksi berbeda secara nyata. Kedua metode dapat diterima karena memiliki nilai % *recovery* berada pada rentang 80-120 %, walaupun demikian metode destruksi kering relatif lebih baik digunakan untuk analisis logam Fe karena % *recovery* yang dihasilkan lebih mendekati 100 % dibandingkan dengan metode destruksi basah.

Nilai % *recovery* kurang dari 100% disebabkan oleh adanya logam Fe yang hilang selama proses preparasi sampel baik secara metode kering maupun basah sedangkan nilai % *recovery* melebihi 100% dapat disebabkan oleh beberapa faktor, diantaranya kesalahan pembacaan skala saat pengambilan maupun saat pengenceran larutan (Sa'adah *et al.*, 2014).

Presisi hasil pengukuran dapat ditentukan melalui nilai RS dengan syarat presisi yang baik adalah jika nilai RSD ≤ 1 %

(sangat teliti), 1%–2% (teliti), 2%–5% (ketelitian sedang) dan $RSD > 5\%$ (tidak teliti) (Hibbert & Gooding, 2006). Hasil pengujian presisi logam Fe pada sampel susu A dan susu B dengan metode destruksi kering maupun basah tersaji dalam Tabel 4.

Tabel 3. Persen *Recovery* Logam Fe dalam Sampel A dan B dengan Metode Destruksi Kering dan Basah

Nama Sampel	Jumlah Logam Fe (mg/L)			% Recovery
	Spike Standar Fe	Pengukuran	Diperoleh	
DK ₀ A	0	4,9853±0,013	0	0
DK ₁ A	2	6,9624±0,033	1,9771±0,037	98,86±0,037
DK ₂ A	4	8,9575±0,023	3,9722±0,036	99,31±0,036
DK ₃ A	8	13,3497±0,023	8,3644±0,020	104,55±0,020
Rata-rata				100,91±0,031
DK ₀ B	0	5,7255±0,015	0	0
DK ₁ B	2	7,6650±0,014	1,9395±0,020	97,98±0,02
DK ₂ B	4	9,6062±0,010	3,8807±0,010	97,02±0,010
DK ₃ B	8	13,3644±0,120	7,6389±0,075	95,49±0,075
Rata-rata				96,49±0,035
DB ₀ A	0	3,9935±0,020	0	0
DB ₁ A	2	5,542± 0,092	1,9608± 0,100	98,04±0,100
DB ₂ A	4	7,9935± 0,091	4,0000± 0,076	100,00±0,076
DB ₃ A	8	11,7729±0,006	7,7794 ±0,026	97,24±0,026
Rata-rata				98,43±0,067
DB ₀ B	0	5,1993±0,098	0	0
DB ₁ B	2	7,0131±0,022	1,8137±0,076	90,69±0,076
DB ₂ B	4	8,9150±0,081	3,7157±0,153	92,89±0,153
DB ₃ B	8	13,0294±0,0014	7,8301±0,100	97,88±0,100
Rata-rata				93,82±0,110

Tabel 4. Uji Presisi Sampel A dan B Metode Destruksi Kering dan Basah

Sampel	Standar Deviasi Relatif, RSD (%)	
	Destruksi Kering	Destruksi Basah
A	1,01	2,44
B	0,76	3,20

Berdasarkan pengukuran yang telah dilakukan nilai *RSD* Logam Fe dengan metode destruksi kering memiliki nilai *RSD* 1,01 % untuk susu A dan 0,76% untuk susu B, nilai tersebut berada pada rentang 0,5-1,5 % (teliti). Sedangkan presisi metode destruksi basah adalah ketelitian sedang dengan nilai *RSD* 2,44% untuk susu A dan 3,20% untuk susu B. Berdasarkan nilai tersebut, dapat disimpulkan bahwa secara presisi metode destruksi kering lebih baik digunakan untuk analisis logam Fe dibandingkan dengan metode basah, karena memberikan nilai standar deviasi yang lebih baik.

Logam Fe pada sampel A dan B memiliki nilai *LoD*, akurasi, dan presisi yang

lebih baik menggunakan metode destruksi kering dibandingkan dengan metode destruksi basah sehingga analisis logam Fe relatif lebih baik dilakukan dengan metode destruksi kering.

SIMPULAN

Konsentrasi logam Fe pada susu bubuk formula khusus kehamilan dengan metode destruksi kering dan basah secara berturut-turut $247,97 \pm 0,98$ mg/kg dan $397,40 \pm 13,31$ mg/kg untuk sampel A, dan $284,96 \pm 4,08$ mg/kg dan $517,72 \pm 12,00$ mg/kg. Kandungan logam tersebut berada pada rentang yang disyaratkan SNI dan BPOM RI. Metode terbaik untuk penentuan logam Fe

dalam sampel susu bubuk formula khusus kehamilan adalah menggunakan metode destruksi kering.

REFERENSI

- Badan Standarisasi Nasional. (2009). Susu Coklat Bubuk SNI 3752:2009. Jakarta
- BPOM RI. (2013). Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor 33 Tahun 2013 Tentang Pengawasan Minuman Khusus Ibu Hamil Dan Atau Ibu Menyusui, Kepala BPOM, Jakarta
- Chan, C.C., H.L.Y.C. Lee., X. Zhang. (2004). Analytical Method Validation and Instrumental Performance Verification. Wiley Interscience A. John Wiley and Sons. Inc, New Jersey
- Harurani, L. (2011). Analisis Kandungan Logam Berat Pb dan Fe dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom Terhadap Susu Kental Manis di Pekanbaru. Skripsi. Fakultas Tarbiyah dan Keguruan, Universitas Negeri Sultan Syarif Kasim Riau, Pekanbaru
- Hibbert, D.B., Gooding J.J. (2006). Data Analysis for Chemistry; An Introductory Guide for Student and Laboratory Scientists, Oxford University Press Inc. New York.
- Mandriwati. (2008). Asuhan Kebidanan Ibu Hamil, ECG, Jakarta
- Miller, J. C., Miller, J.N. (2000). Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry, 4th ed, Prentice, Harlow
- Prawirohardjo, S. (2009). Ilmu Kebidanan, Yayasan Bina Pustaka, Jakarta
- Sa'adah, Z., Alauhdin, M., Susilaningih, E. (2014). Perbandingan Metode Destruksi Kering dan Basah untuk Analisis Zn dalam Susu Bubuk, Indonesian Journal of Chemical Science, 3(3):182-188
- Standar Nasional Indonesia, (2005). SNI 01-7148-2005 tentang Minuman Khusus Ibu hamil dan atau Ibu Menyusui. Dewan Standar Nasional, Jakarta
- Stipanuk M.H. (1995). Biochemical and Physiological Aspect of Human Nutrition. W.B. Saunders Company, USA.
- Sumardi, (2002). Validasi Metode Pengujian. Pusat Standardisasi dan Akreditasi Sekretariat Jendral Departemen Pertanian. Jakarta.
- Sumardi. (1981). Metode Destruksi Contoh Secara Kering dalam Analisis Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn dalam Contoh-contoh Biologis, Prosiding Seminar. Nasional Metode Analisis. LIPI. Jakarta.
- Vogel. (1985). Textbook of Macro and Semimicro Qualitative Inorganic Analysis, 5th ed., Longman, USA
- Wahyudi, M. (2006). Hand out Proses Pembuatan dan analisis Mutu Yogurt. Buletin Teknik Pertanian 11(1)