

**ANALISIS LOGAM SENGG (Zn), BESI (Fe) DAN TEMBAGA (Cu)
PADA SUSU FORMULA DENGAN METODE DESTRUKSI KERING DAN BASAH
SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

Manuntun Manurung*, Ni Made Suaniti, dan D. A. M. Wira Adi Capayanti

Jurusan Kimia FMIPA Universitas Udayana, Bukit Jimbaran, Bali

**E-mail : manurung_manuntun@yahoo.com*

ABSTRAK

Analisis kandungan logam Zn, Fe, dan Cu dalam susu formula dengan metode destruksi kering dan basah telah dilakukan. Konsentrasi logam dalam susu ditentukan dengan metode spektrofotometri serapan atom menggunakan kurva kalibrasi. Persentase perolehan kembali dari metode kurva kalibrasi terhadap ketiga logam menunjukkan hasil yang baik, masing-masing 95,13% untuk Zn; 100,83% untuk Fe dan 99,39% untuk Cu. Konsentrasi logam Zn, Fe, dan Cu dalam susu formula A, B, dan C dengan metode destruksi kering dan basah berturut-turut; sampel A yaitu 79,14 mg/kg; 78,37 mg/kg; 3,40 mg/kg dan 80,98 mg/kg; 78,83 mg/kg; 1,92 mg/kg, sampel B yaitu 58,65 mg/kg; 94,01 mg/kg; 3,87 mg/kg dan 57,73 mg/kg; 89,09 mg/kg; 2,77 mg/kg, serta sampel C yaitu 45,41 mg/kg; 76,16 mg/kg; 2,96 mg/kg dan 38,62 mg/kg; 60,53 mg/kg; 2,92 mg/kg. Kandungan ketiga logam dalam susu formula tersebut masih pada rentang standar kesehatan makanan.

Kata kunci : susu formula, seng, besi, tembaga, destruksi kering, destruksi basah

ABSTRACT

Analysis of Zn, Fe, and Cu metal contents of formulated milk by dry and wet destruction method have been studied. The metals concentration in milk were determined by atomic absorption spectrophotometry method using calibration curve. Percent recovery of the calibration curve for the three metals showed good results, *i.e.* 95.13% for Zn; 100.83% for Fe, and 99.39% for Cu. The concentration of Zn, Fe, and Cu metals of A, B, and C formulated milk with dry destruction were 79,14 mg/kg; 78,37 mg/kg, and 3,40 mg/kg for sample A; 58,65 mg/kg; 94,01 mg/kg; 3,87 mg/kg for sample B; and 45,41 mg/kg; 76,16 mg/kg; 2,96 mg/kg for sample C. The concentrations of Zn, Fe, and Cu resulted by wet destruction were 80,98 mg/kg; 78,83 mg/kg; and 1,92 mg/kg in sample A; 57,73 mg/kg; 89,09 mg/kg; and 2,77 mg/kg in sample C; and 38,62 mg/kg; 60,53 mg/kg; and 2,92 mg/kg in sample C. These metals content in formulated milk were still in the range of food health standard.

Keywords : formulated milk, zink, iron, copper, dry destruction, wet destruction

PENDAHULUAN

Susu merupakan salah satu makanan penunjang ASI untuk mendukung pertumbuhan dan perkembangan anak karena pada usia 6 bulan ke atas, ASI saja tidak cukup untuk memenuhi kebutuhan pertumbuhan dan perkembangan anak (Pudjiadi, 2005). Susu juga merupakan makanan yang memiliki nutrisi gizi yang paling lengkap diantara semua bahan makanan yaitu mengandung makronutrien (karbohidrat, protein, dan lemak)

dan mikronutrien yaitu vitamin dan mineral. Mineral yang disebut logam esensial antara lain yaitu Zn, Fe, dan Cu diperlukan tubuh dalam jumlah sedikit yaitu kurang dari 100 mg/hari, namun kekurangan maupun kelebihan mineral tersebut dapat berisiko buruk bagi pertumbuhan dan perkembangan anak (Mulyaningsih, 2009).

Banyaknya permintaan terhadap susu formula, menyebabkan produsen memproduksi berbagai jenis susu formula yang dilengkapi dengan mineral esensial seperti Zn, Fe, dan Cu.

Kandungan mineral Zn, Fe, dan Cu yang sengaja ditambahkan untuk memenuhi kebutuhan gizi, berbeda-beda sesuai dengan produsennya. Pengontrolan konsentrasi logam tersebut dalam susu secara kontinyu menjadi penting, karena konsentrasi Zn, Fe, dan Cu yang berlebih juga dapat bersifat racun bagi konsumen (Widowati, 2008).

Batas maksimum logam Zn pada makanan yaitu berkisar antara 2,0-100 mg/kg (BPOM RI, 2004). Menurut *Underwood* dalam Parakkasi (1995), konsentrasi Fe dalam makanan umumnya sekitar 100 mg/kg, sedangkan batas maksimum untuk logam Cu pada susu formula yang diperbolehkan menurut BSN 2006 yaitu sebesar 20 mg/kg

Analisis logam Zn dalam susu formula dengan metode Spektrofotometri UV melalui proses pengendapan kompleks dithizon telah dilakukan oleh Selamat (1993), diperoleh hasil 61,44 ppm. Menurut BSN 2009, analisis logam dalam susu dapat dilakukan dengan metode destruksi kering dan destruksi basah. Penelitian yang dilakukan Sa'adah *et al.*, (2014) menggunakan ke dua metode tersebut dihasilkan konsentrasi Zn berturut-turut yaitu 122,470 mg/kg dan 157,942 mg/kg, serta penelitian yang dilakukan di Laboratorium UNNES, dengan adisi standar dihasilkan konsentrasi Zn 58,592 mg/kg dan 59,298 mg/kg. Namun dari penelitian tersebut tidak menginformasikan jenis susu yang dianalisis.

Penulis padR penelitian ini melakukan analisis dengan metode yang sama, yang dianalisis ditambah yaitu meliputi Zn, Fe, dan Cu dari susu bubuk formula bayi A, B, dan C untuk umur 6-12 bulan jenis susu sapi yang cukup diminati konsumen. Uji validasi terhadap standar juga dilakukan untuk mengetahui batas deteksi, tingkat ketelitian dan ketepatan untuk masing-masing logam.

MATERI DAN METODE

Bahan

Bahan-bahan kimia yang digunakan dalam penelitian ini yaitu; larutan asam nitrat 65% (HNO_3 p.a), larutan asam klorida 37% (HCl p.a), $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, alkohol 95%, akuades,

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan sampel susu formula A, B, dan C.

Peralatan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah neraca analitik, cawan porselin, erlenmeyer, labu ukur, gelas ukur, kertas saring (*Whatman No.41*), gelas beaker, spatula, pipet volume, pipet ukur, pipet tetes, penangas listrik, tanur/furnace, botol semprot, dan Spektrofotometer Serapan Atom (*Shimadzu AA-7000*) yang dilengkapi dengan lampu katoda Cu, Fe, dan Zn.

Cara Kerja

Pembuatan Larutan Standar Zn^{2+} , Fe^{3+} dan Cu^{2+} 1000 ppm

Sebanyak 0,4397 gram $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL lalu dilarutkan dengan akuades dan diencerkan dengan HNO_3 0,1M sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan standar Zn^{2+} 1000 ppm. Pembuatan larutan standar Fe^{3+} dan Cu^{2+} 1000 ppm dilakukan dengan cara yang sama, untuk larutan standar Fe^{3+} 1000 ppm ditimbang sebanyak 0,4839 gram $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan untuk larutan standar Cu^{2+} 1000 ppm ditimbang $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ sebanyak 0,4124 gram.

Pembuatan Kurva Kalibrasi Zn, Fe, dan Cu

Larutan standar Zn dengan variasi konsentrasi 0 ppm; 1,0 ppm; 2,0 ppm; 4,0 ppm dan 6,0 ppm; diukur absorbansinya dengan AAS pada λ_{maks} 213,88 nm kemudian dibuat plot antara konsentrasi (ppm) terhadap absorbansi dan ditentukan persamaan regresinya. Pembuatan kurva kalibrasi untuk Fe dan Cu dilakukan dengan cara yang sama seperti di atas, untuk Fe dengan variasi konsentrasi 0 ppm; 2,0 ppm; 4,0 ppm; 6,0 ppm; 8,0 ppm dan 10,0 ppm pada λ_{maks} 248,33 nm dan untuk Cu dengan variasi konsentrasi 0 ppm; 0,2 ppm; 0,4 ppm; 0,8 ppm; 1,4 ppm dan 1,8 ppm pada λ_{maks} 324,72 nm.

Validasi Metode

Linearitas

Uji linieritas dilakukan dengan cara mengukur variasi konsentrasi larutan standar Zn menggunakan AAS sehingga diperoleh absorbansi yang diplotkan dengan konsentrasi untuk membuat kurva kalibrasi. Selanjutnya dihitung koefisien korelasi (R^2), sehingga didapatkan nilai linieritas dengan menggunakan persamaan regresinya. Uji

linieritas untuk Fe dan Cu dilakukan dengan cara yang sama seperti di atas.

Batas deteksi (LoD)

Batas deteksi (LoD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi. Batas deteksi merupakan konsentrasi analit yang masih memberikan respon sebesar respon blangko (y) ditambah dengan tiga kali simpangan baku blanko ($3S_b$) (Harmita, 2004; Gandjar dan Rohman, 2012).

Ketelitian (precision) dan ketepatan (accuracy)

Validasi ketelitian dan ketepatan dilakukan dengan mengukur standar Zn, Fe, dan Cu dengan pengulangan sebanyak tiga kali. Dengan cara yang sama.... Ketepatan dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan (Harmita, 2004; Gandjar dan Rohman, 2012), sedangkan ketelitian dihitung dari harga koefisien variasi (KV) atau %RSD (*Relative Standar Deviation*) yang berdasarkan tingkat ketelitiannya tidak boleh melebihi 5% (Hibbert dan Gooding, 2006).

Penentuan Konsentrasi Zn, Fe, dan Cu pada Sampel Susu formula

Destruksi kering

Sebanyak 5,00 g susu formula dimasukkan ke dalam cawan porselin, kemudian dipanaskan di atas penangas listrik secara bertahap sampai sampel terbakar dan tidak berasap lagi lalu dilanjutkan dengan pengabuan dalam tanur pada suhu 500°C sampai abu berwarna putih dan bebas dari karbon. Selanjutnya abu berwarna putih dilarutkan dalam 5,0 mL HCl 6 N sambil dipanaskan di atas penangas listrik selama 2-3 menit dan dilarutkan dalam HNO₃ 0,1 M. Selanjutnya, larutan dipindahkan ke dalam labu

ukur 50 mL kemudian diencerkan sampai tanda batas dengan akuades (BSN, 2006).

Destruksi basah

Sebanyak 5,00 g susu formula dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL dan ditambahkan 15,00 mL HNO₃ pekat dan dibiarkan 15 menit kemudian dipanaskan perlahan di dalam lemari asam, (hindari percikan berlebih). Pemanasan dilanjutkan hingga sisa volume 1,5-3,0 mL (belum terbentuk arang), kemudian erlenmeyer diangkat dan ditambahkan 12,50 mL HCl pekat dan dipanaskan sampai sisa volume 5,0-7,5 mL. Selanjutnya, sampel ditambahkan dengan 20,0 mL akuades kemudian diaduk dan dituangkan ke dalam labu ukur 50 mL lalu erlenmeyer dibilas dengan 5,00 mL akuades (BSN, 2009).

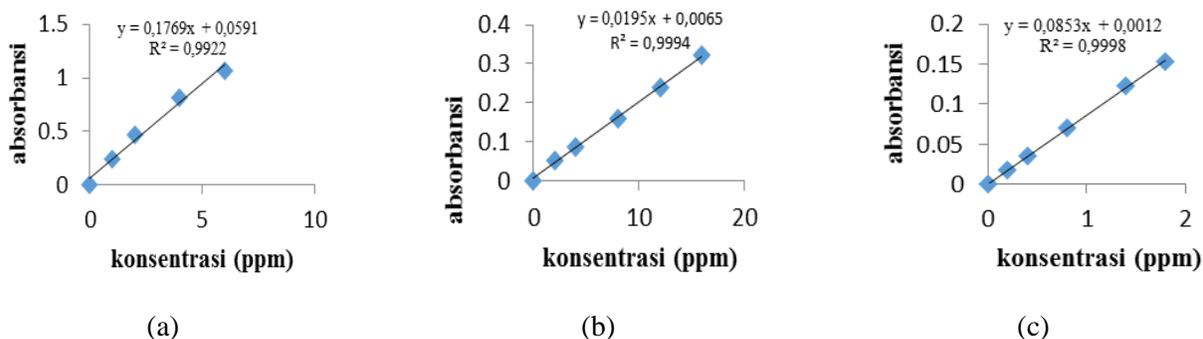
Analisis konsentrasi Zn, Fe, dan Cu pada sampel susu formula

Analisis konsentrasi Zn, Fe, dan Cu pada sampel susu formula A, B, dan C berturut-turut dilakukan destruksi kering dan basah kemudian masing-masing diukur absorbansinya menggunakan AAS pada λ_{maks} untuk Zn = 213,88 nm; Fe = 248,33 nm dan Cu = 324,72 nm. Konsentrasi masing-masing logam ditentukan dari persamaan regresinya.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi dan persamaan regresi masing-masing logam Zn, Fe, dan Cu yang diperoleh adalah seperti Gambar A, B, dan C.



Gambar 1. (a) Kurva Kalibrasi Zn, (b) Kurva Kalibrasi Fe, (c) Kurva Kalibrasi Cu

Berdasarkan data masing-masing kurva kalibrasi Zn, Fe, dan Cu pada Gambar 1 di atas diperoleh persamaan regresi linier untuk Zn adalah $y = 0,1769x + 0,0591$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0,9922$; untuk Fe adalah $y = 0,0195x + 0,0065$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0,9994$ dan untuk Cu adalah $y = 0,0853x + 0,0012$ dengan koefisien korelasi $R^2 = 0,9998$. Persamaan ketiga kurva kalibrasi tersebut memiliki nilai r mendekati 1 yang menandakan adanya hubungan yang linier antara absorbansi dengan konsentrasi (Gandjar dan Rohman, 2012).

Batas Deteksi (LoD)

Berdasarkan hasil perhitungan batas deteksi untuk pengujian standar Zn, Fe, dan Cu diperoleh nilai LoD masing-masing sebesar 1,05

mg/L; 0,72 mg/L dan 0,05 mg/L. Batas deteksi untuk pengujian standar Cu memiliki nilai paling kecil yaitu 0,05 mg/L dibandingkan nilai LoD untuk Zn dan Fe, hal tersebut menandakan metode yang digunakan memiliki sensitivitas yang baik untuk Cu karena pada konsentrasi 0,05 mg/L adanya logam Cu sudah dapat terdeteksi. Nilai batas deteksi tersebut merupakan konsentrasi analit terkecil yang masih dapat dideteksi oleh instrumen yang digunakan (Harmita, 2004; Gandjar dan Rohman, 2012).

Ketelitian dan Ketepatan

Berdasarkan hasil pengukuran dan perhitungan data analisis nilai ketelitian dan ketepatan dari larutan standar Zn, Fe, dan Cu disajikan dalam Tabel 1.

Tabel 1. Data hasil perhitungan larutan standar Zn, Fe, dan Cu

Logam	Konsentrasi sebenarnya (ppm)	Konsentrasi terukur (ppm)
Zn	6,0	5,7003
	6,0	5,7077
	6,0	5,7139
		$\bar{x} = 5,7073$
	Simpangan baku (Sb)	$6,7906 \times 10^{-3}$
	Koefisien variasi (KV) (%)	0,12%
	% Recovery	95,13%
Fe	7,0	7,0444
	7,0	7,2082
	7,0	6,9216
		$\bar{x} = 7,0581$
	Simpangan baku (Sb)	0,1437
	Koefisien variasi (KV) (%)	2,04%
	% Recovery	100,83%
Cu	1,5	1,4979
	1,5	1,4932
	1,5	1,4815
		$\bar{x} = 1,4908$
	Simpangan baku (Sb)	$8,4546 \times 10^{-3}$
	Koefisien variasi (KV) (%)	0,57%
	% Recovery	99,39%

Menurut Hibbert dan Gooding (2006), ketelitian dinyatakan %RSD yang berdasarkan tingkat ketelitiannya tidak boleh melebihi 5%. Persen perolehan kembali menurut AOAC (1998), untuk konsentrasi analit 1-10 ppm yaitu pada

rentang 80-110%. Berdasarkan nilai pada Tabel 1, koefisien variasi yang diperoleh dari masing-masing larutan standar Zn, Fe, dan Cu berturut-turut 0,12%; 2,4% dan 0,57% yang memiliki nilai $RSD < 5\%$ dengan %Recovery berturut-turut

sebesar 95,13%; 100,83% dan 99,39% yang rentang nilainya masih berada dalam rentang nilai yang ditentukan, maka dapat disimpulkan bahwa metode analisis spektrofotometri serapan atom yang digunakan mempunyai ketelitian dan ketepatan yang baik yang telah memenuhi persyaratan dan dapat digunakan untuk menganalisis sampel secara kuantitatif.

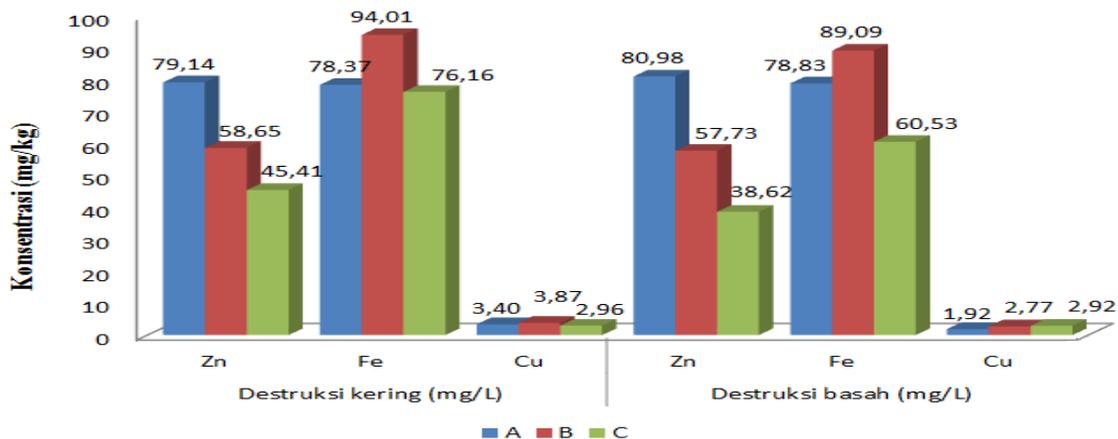
Hasil Destruksi Kering dan Basah

Hasil analisis yang dilakukan dengan destruksi kering dan basah pada sampel susu A, B dan C diperoleh konsentrasi Zn, Fe, dan Cu yang disajikan pada Gambar 2.

Dilihat dari diagram Gambar 2. di atas maka dapat diketahui pada sampel susu A hasil yang diperoleh dari metode destruksi basah lebih besar daripada destruksi kering kecuali, untuk logam Cu hasil yang diperoleh pada destruksi kering lebih besar daripada destruksi basah, sedangkan untuk sampel susu B dan C hasil yang diperoleh dari destruksi kering lebih besar daripada destruksi basah. Perbedaan tingkat tingginya hasil metode yang digunakan dari destruksi kering dan

basah pada sampel susu A, B dan C dikarenakan pada setiap susu memiliki komponen yang berbeda-beda.

Hasil destruksi kering yang lebih besar daripada destruksi basah pada sampel susu B dan C tidak sesuai dengan pernyataan Sumardi (1981) yang menyatakan, metode destruksi basah lebih baik digunakan daripada destruksi kering karena suhu yang digunakan pada destruksi basah relatif lebih rendah dibandingkan dengan destruksi kering, sehingga hilangnya unsur-unsur yang diinginkan sangat kecil. Namun, berdasarkan hasil penelitian ini sampel destruksi basah terjadi penggumpalan yang kemungkinan dapat mengurangi konsentrasi Zn, Fe, dan Cu dalam larutan sampel. Menurut Diana 2012, penggumpalan pada sampel destruksi basah terjadi karena perombakan senyawa organik yang belum sempurna seperti pada sampel yang kaya akan protein dan lemak sehingga timbul warna yang keruh yang kemungkinan terdapat sisa protein yang belum larut yang berupa gumpalan.



Gambar 2. Diagram konsentrasi logam Zn, Fe, dan Cu hasil destruksi kering dan destruksi basah sampel susu A, B, dan C

Berdasarkan penelitian ini bahwa metode destruksi kering lebih baik digunakan dalam menganalisis konsentrasi logam Zn, Fe, dan Cu pada susu daripada destruksi basah, karena destruksi kering tidak memerlukan pereaksi asam kuat yang berbahaya, preparasinya sederhana, dan prosedurnya paling umum digunakan untuk

menentukan total mineral meskipun memerlukan waktu untuk pengabuan yang cukup lama.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Batas deteksi untuk pengujian standar Zn, Fe, dan Cu berturut-turut 1,05 mg/L; 0,72 mg/L dan 0,05 mg/L. Koefisien variasi (KV) standar Zn, Fe, dan Cu berturut-turut yaitu 0,12%; 2,04%; 0,57% dengan persen perolehan kembali masing-masing standar sebesar 95,13%; 100,83% dan 99,39%.
2. Konsentrasi Zn, Fe, dan Cu pada susu bubuk formula bayi A, B, dan C untuk umur 6-12 bulan menggunakan metode destruksi kering dan basah masih berada pada rentang batas yang diperbolehkan.

Saran

Perlu ditambahkan emulgator pada sampel destruksi basah untuk mencegah terjadinya penggumpalan pada sampel sehingga hasil yang diperoleh maksimal.

UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada Dr. Irdhawati, S.Si., M.Si dan Sri Rahayu Santi, S.Si., M.Si yang telah memberikan kritik dan saran dalam penulisan karya ilmiah ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Association of Official Analytical Chemist (AOAC), 1998, *Peer-Verified Methods Program Manual Policies And Procedures*, AOAC International, MD, Gaithersburg
- Badan POM Republik Indonesia, 2004, Keamanan Pangan, *Buletin Keamanan Pangan*, Deputy Bidang Pengawasan Keamanan Pangan dan Bahan Berbahaya Badan POM RI, Jakarta, 6(3): 1-16
- Badan Standardisasi Nasional, 2006, *Syarat Mutu Susu formula*, SNI 01-2970-2006, Jakarta.
- Badan Standardisasi Nasional, 2009, *Susu Coklat Bubuk*, SNI 3752:2009, Jakarta
- Diana, C.D, 2012, Determinasi Kadar Logam Timbal (Pb) dalam Makanan Kaleng menggunakan Destruksi Basah dan Destruksi Kering, *Alchemy Journal of Chemistry*, 2(1) : 12-25
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A., 2012, *Analisis Obat Secara Spektrofotometri dan Kromatografi*, Pustaka Pelajar (Anggota IKAPI), Jogjakarta
- Harmita, 2004, Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Review, Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3): 117 – 135
- Hibbert, D.B. and Gooding J.J., 2006, *Data Analysis for Chemistry; An Introductory Guide for Student and Laboratory Scientists*, Oxford University Press Inc., New York
- Mulyaningsih, T.R., 2009, Kandungan Unsur Fe dan Zn dalam Bahan Pangan Produk Pertanian, Peternakan dan Perikanan dengan Metode k_0 -AAN, *Jurnal Sains dan Teknologi Nuklir Indonesia*, 10(2) : 71-80
- Underwood, A.L., 1986, Analisis Kimia Kuantitatif, dalam: Parakkasi, A., 1995, *Ilmu Nutrisi dan Makanan Ternak Ruminan*, UI-Press, Jakarta
- Pudjiadi, 2005, *Ilmu Gizi Klinis Pada Anak*, FK UI, Jakarta
- Sa'adah, Z., Alauhdin, M., dan Susilaningsih, E., 2014, Perbandingan Metode Destruksi Kering dan Basah untuk Analisis Zn dalam Susu formula, *Indonesian Journal of Chemical Science*, 3(3) : 188-192
- Selamat, I N., 1993, Analisis Zn Dalam Susu Dengan Spektrofotometer, *Skripsi*, Jurusan Kimia, Universitas Udayana, Bali
- Sumardi, 1981, Metode Destruksi Contoh Secara Kering Dalam Analisa Unsur-Unsur Fe-Cu-Mn dan Zn Dalam Contoh-Contoh Biologis. *Proseding Seminar Nasional Metode Analisis*, LIPI, Jakarta
- Widowati, W., 2008. *Efek Toksik Logam*, PT. Andi, Yogyakarta: 109-110, 119-120, 125-126