

## KADAR Fe DAN Zn DALAM KRIM KENTAL MANIS KEMASAN KALENG *EXPIRE* DAN *NON EXPIRE* MENGGUNAKAN HIDROGEN PEROKSIDA (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) UNTUK DESTRUKSI BASAH SECARA SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM (SSA)

Putri Go\*, I W. Sudiarta dan P. Suarya

*Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Udayana  
Jalan Kampus Unud-Jimbaran, Jimbaran-Bali, Indonesia*

*\*e-mail: putri.patricia37@yahoo.com*

### ABSTRAK

Susu kental manis umumnya dikemas dalam bentuk kaleng yang terbuat dari besi dan seng yang mengalami korosi seiring bertambahnya waktu kontak dan perubahan suasana susu kental manis sehingga logam tersebut dapat mengontaminasi susu kental manis. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui metode destruksi basah terbaik, mengetahui pengaruh penambahan variasi volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% dalam proses destruksi basah, mengetahui kadar Fe dan Zn dalam susu kental manis *expire* dan *non expire* serta membandingkannya dengan baku mutu. Sampel didestruksi basah menggunakan variasi pendestruksi HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yaitu 3:0 (metode A); 3:0,5 (metode B) 3:1 (metode C); 3:2 (metode D) kemudian hasilnya diukur menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom. Analisis Fe menggunakan metode kurva adisi standar sedangkan analisis Zn menggunakan metode kurva kalibrasi. Hasil analisis menunjukkan bahwa variasi pendestruksi HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> terbaik dalam metode destruksi basah adalah 3:0,5 untuk analisis Fe dan 3:2 untuk analisis Zn. Penambahan variasi volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% dalam destruksi basah untuk analisis Fe memberikan hasil yang berbeda nyata untuk susu kental manis *non expire* tetapi tidak berbeda nyata untuk susu kental manis *expire*. Untuk analisis Zn memberikan hasil yang berbeda nyata untuk susu kental manis *non expire* dan *expire*. Kadar logam dalam susu kental manis *expire* dan *non expire* yang didestruksi basah menggunakan variasi pendestruksi terbaik diperoleh berturut-turut 0,2759 dan 0,7126 mg/kg untuk logam Fe dan 4,1645 dan 2,4367 mg/kg untuk logam Zn. Kadar Fe dan Zn dalam susu kental manis masih berada dibawah batas maksimum yang ditetapkan oleh SNI.

Kata kunci: Fe, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, Spektrofotometer Serapan Atom, susu kental manis, Zn

### ABSTRACT

Sweetened condensed milk is generally packaged in a can which is made from iron and zinc. Iron and zinc can have corrosion with the increasing of contact time and changing condition so that they will contaminate the milk. The purpose of this research are to determine the best wet destruction method, find out the effect of adding 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> at varied volume in the process of wet destruction, to find out Fe and Zn content in expire and non-expired sweetened condensed milk and to compare the results with the national quality standard. Sample was wet destructed by using variation of 70% HNO<sub>3</sub>: 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> which is 3:0 (method A); 3:0.5 (method B) 3:1 (method C); 3:2 (method D) then the results were measured by using Atomic Absorption Spectrophotometer. Analysis of Fe used standard addition curve method whereas the analysis of Zn used calibration curve method. The results of the analysis showed that the best variation of HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in wet destruction method was 3:0.5 for Fe analysis and 3:2 for Zn analysis. The addition of 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> at varied volume in wet destruction for Fe analysis gave significantly different results for non-expired sweetened condensed milk but were not significantly different for expired sweetened condensed milk. Whereas, the analysis of Zn gave significantly different results for both non-expired and expired sweetened condensed milk. The metal content in the expired and non-expired sweetened condensed milk which were wet destructed by using the best solvent compotition obtained 0,2759 and 0,7126 mg/kg for Fe and 4,1645 and 2,4367 mg/kg for Zn metal. The Fe and Zn content in the sweetened condensed milk are still below the maximum limit that set by SNI.

**Keywords:** Fe, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, Atomic Absorption Spectrophotometer, sweetened condensed milk, Zn

### PENDAHULUAN

Era globalisasi mengakibatkan perkembangan teknologi yang semakin canggih khususnya di bidang pangan. Susu

dapat diolah menjadi berbagai macam produk sehingga memiliki nilai mutu yang tinggi contohnya susu kental manis (Saleh, 2004). Pada umumnya, susu kental manis dikemas dengan cara dikalengkan.

Salah satu faktor penyebab terjadinya kerusakan pada susu adalah jangka waktu penyimpanan, karena semakin lama waktu penyimpanan maka semakin lama pula reaksi fermentasi yang berlangsung di dalam susu akibatnya, kadar asam yang terbentuk dapat mengalami peningkatan (Sheeladevi, 2011).

Mikroorganisme seperti *Lactobacillus lactis*, *Lactobacillus thermophilus*, dan *Streptococcus thermophilus* akan mengkonversi laktosa menjadi asam laktat sehingga mengakibatkan nilai pH dalam susu mengalami penurunan (Erlina dan Zuraida, 2008). Nilai pH yang rendah dapat mempercepat terjadinya reaksi korosi pada besi sebab reaksi reduksi oksigen lebih spontan dalam kondisi asam daripada dalam kondisi basa maupun netral (Susianto, 2019).

Kaleng yang mengalami korosi menjadikan susu kental manis tidak layak untuk dikonsumsi. Adanya kontaminasi ini menyebabkan kualitas susu kental manis menurun yang ditandai dengan terjadinya perubahan warna, cita rasa (*off-flavour*), serta menurunnya nilai gizi (Julianti dan Nurminah, 2007).

Oleh karena itu, sangat penting untuk mengetahui kadar logam Fe dan Zn pada susu kental manis baik yang belum kadaluarsa (*non expire*) maupun yang telah kadaluarsa (*expire*). Salah satu metode untuk mengetahui kandungan logam dalam sampel adalah dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Analisis logam pada sampel dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) diawali dengan preparasi sampel dengan cara destruksi sampel agar logam-logam dalam susu bebas dari matriks senyawa-senyawa organik seperti karbohidrat, protein, dan lemak sehingga diperoleh larutan sampel yang jernih, metode destruksi yang sering digunakan adalah destruksi basah (Diana, 2012).

Batas maksimum logam Fe pada susu kental manis yaitu sebesar 10,0 mg/kg (SNI, 1994). Sedangkan batas maksimum logam Zn pada susu kental manis yang diperbolehkan yaitu sebesar 40,0 mg/kg (SNI, 1998).

Beberapa penelitian terhadap analisis susu kental manis dengan menggunakan metode destruksi basah telah dilakukan. Analisis kandungan logam Zn dan Pb melalui metode Spektrofotometri Serapan Atom telah dilakukan oleh Kartini (2011) untuk susu sampel kode A diperoleh kadar logam Zn dan Pb berturut-turut sebesar 0,1492 ppm dan

0,8527 ppm dengan masa kadaluarsa bulan Desember 2011 serta 0,9323 ppm dan 1,121 ppm dengan masa kadaluarsa bulan Juli 2011. Diperoleh kadar logam Zn dan Pb susu sampel kode B berturut-turut 1,1733 ppm dan 0,812 ppm dengan masa kadaluarsa bulan Januari 2012 serta 1,2484 ppm dan 1,0478 ppm dengan masa kadaluarsa bulan Agustus 2011. Analisis kadar logam Sn dan Cr melalui metode Spektrofotometri Serapan Atom telah dilakukan oleh Wulandari dkk., (2012) diperoleh kadar logam Sn dan Cr tertinggi pada susu 1 bulan setelah kadaluarsa menggunakan pelarut  $HNO_3$ -HCl yaitu berturut-turut sebesar 4,989 mg/L dan 3,703 mg/L dengan kondisi kaleng rusak. Analisis kadar logam Pb dan Cu melalui metode Spektrofotometri Serapan Atom telah dilakukan oleh Dewisartika dkk., (2012) diperoleh kadar logam Pb dan Cu tertinggi pada susu 1 bulan setelah kadaluarsa menggunakan pelarut aquaregia yaitu berturut-turut sebesar 4,548 mg/L dan 4,491 mg/L dengan kondisi kaleng rusak.

Berdasarkan latar belakang diatas perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang analisis kandungan logam besi (Fe) dan seng (Zn) pada susu kental manis kemasan kaleng baik yang belum kadaluarsa (*non expire*) maupun yang telah kadaluarsa (*expire*) menggunakan metode destruksi basah secara Spektrofotometri Serapan Atom. Metode penelitian ini dikembangkan melalui penambahan volume  $H_2O_2$  30% yang bervariasi untuk meningkatkan kinerja dari metode destruksi basah.

## MATERI DAN METODE

### Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah susu kental manis dengan masa kadaluarsa Februari 2018 (*expire*), susu kental manis dengan masa kadaluarsa Februari 2019 (*non expire*), larutan  $HNO_3$  70% (p.a), larutan  $H_2O_2$  30%, (p.a),  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ,  $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ , aquademin, kertas saring.

### Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Spektrofotometer Serapan Atom (*Shimadzu AA-7000*) yang dilengkapi dengan lampu katoda Fe dan Zn, neraca analitik, corong, penangas listrik (*hot plate*), spatula, peralatan gelas, peralatan pipet.

## Cara Kerja

### Pembuatan Larutan Standar Fe<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup> 250 ppm

Sebanyak 0,1241 g serbuk FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O dan 0,1099 g serbuk ZnSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O ditimbang kemudian masing-masing dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan menggunakan larutan HNO<sub>3</sub> 0,01 M hingga tanda batas.

### Pembuatan Kurva Adisi Standar Fe dan Kurva Kalibrasi Zn

Larutan standar Fe<sup>2+</sup> 20 ppm diinjeksikan sebanyak 0,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 mL ke dalam 5,0000 g sampel, didestruksi basah dan diencerkan ke dalam labu 50 mL sehingga konsentrasinya menjadi 0 ppm; 2 ppm; 4 ppm; 6 ppm; 8 ppm; absorbansi diukur menggunakan AAS pada λ<sub>maks</sub> 248,33 nm kemudian diplot antara konsentrasi terhadap absorbansi sehingga diperoleh persamaan regresi kurva adisi standar. Larutan standar Zn dengan konsentrasi 0 ppm; 0,25 ppm; 0,5 ppm; 1 ppm; 2 ppm diukur nilai absorbansinya menggunakan AAS pada λ<sub>maks</sub> 213,85 nm kemudian diplot antara konsentrasi terhadap absorbansi sehingga diperoleh persamaan regresi kurva kalibrasi.

## Validasi Metode

### Linearitas

Uji linearitas dilakukan dengan mengukur variasi konsentrasi larutan standar Fe dan Zn sehingga akan dihasilkan nilai absorbansi. Selanjutnya, dibuat kurva yang menyatakan hubungan antara konsentrasi pada sumbu x dan absorbansi pada sumbu y sehingga akan diperoleh persamaan regresi linier  $y = a + bx$  yang dilengkapi dengan nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ).

### Akurasi

Nilai akurasi ditentukan dengan cara menambahkan sejumlah larutan standar Fe 20 ppm ke dalam sampel dengan masing-masing volume sebanyak 0,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 15,0 mL; 20,0 mL dan Zn 4 ppm dengan masing-masing volume sebanyak 0,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL; 15,0 mL. Kemudian didestruksi basah sebanyak 3 kali ulangan. Uji akurasi dihitung sebagai persen perolehan kembali (% recovery) yang dinyatakan sebagai berikut :

$$\% Recovery = \frac{C_2 - C_1}{C_3} \cdot 100\%$$

Dimana, C<sub>1</sub> merupakan konsentrasi sampel tanpa standar (mg/L), C<sub>2</sub> merupakan konsentrasi sampel yang telah ditambahkan standar (mg/L), dan C<sub>3</sub> merupakan konsentrasi standar teoritis (*spike*) (mg/L).

### Presisi

Nilai presisi ditentukan dengan cara mengukur absorbansi sampel yang telah didestruksi basah sebanyak 3 kali ulangan. Uji presisi dihitung sebagai %RSD (*Relative Standar Deviation*) yang dinyatakan sebagai berikut :

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

$$\%RSD = \frac{SD}{xr} \cdot 100\%$$

Dimana, SD adalah standar deviasi, xi adalah nilai konsentrasi data pengukuran, xr adalah nilai konsentrasi rata-rata pengukuran dan n adalah banyak percobaan.

## Penentuan Konsentrasi Fe dan Zn pada Sampel Susu Kental Manis

### Destruksi Basah Sampel Tanpa Menggunakan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (Metode A)

Sebanyak 5,0000 g sampel susu kental manis ditimbang, dimasukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL. Sampel ditambahkan 15,0 mL HNO<sub>3</sub> 70% untuk memutuskan ikatan senyawa kompleks organologam, didiamkan selama 15 menit. Larutan dipanaskan menggunakan *hotplate* selama 30 menit hingga diperoleh larutan yang jernih. Larutan hasil destruksi didinginkan dan dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL, diencerkan menggunakan aquademin sampai tanda batas.

### Destruksi Basah Sampel Menggunakan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (Metode B,C,D)

Sebanyak 5,0000 g sampel susu kental manis ditimbang, dimasukkan ke dalam erlenmeyer 50 mL. Sampel ditambahkan dengan 15,0 mL HNO<sub>3</sub> 70% untuk memutuskan ikatan senyawa kompleks organologam, didiamkan selama 15 menit. Larutan dipanaskan selama 15 menit menggunakan *hotplate*. Pemanasan dihentikan sementara dan ditambahkan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% sebagai agen pengoksidasi dengan variasi volume 2,5; 5,0; dan 10,0 mL dengan perbandingan HNO<sub>3</sub> : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> adalah 3:0,5 (Metode B); 3:1 (Metode C) ; 3:2 (Metode D) pemanasan dilanjutkan kembali selama 15 menit hingga diperoleh larutan yang jernih. Larutan hasil destruksi didinginkan dan dipindahkan ke dalam labu

ukur 50 mL, diencerkan menggunakan aquademin hingga tanda batas.

### Analisis Kadar Fe dan Zn pada Sampel Susu Kental Manis

Kadar logam Fe dan Zn pada sampel yang telah didestruksi basah diukur menggunakan AAS pada  $\lambda_{maks}$  248,33 nm (Fe) dan 213,85 nm (Zn).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Validasi Metode Analisis

#### Linearitas

Nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) dan presentase kemiripan hasil logam Fe dan Zn yang dihasilkan dalam penelitian ini disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Koefisien Korelasi ( $R^2$ ) dan Presentase Kemiripan Hasil Logam Fe dan Zn

Metode Destruksi Basah	Koefisien Korelasi ( $R^2$ )		Presentase Kemiripan Hasil (%)	
	Fe	Zn	Fe	Zn
A	0,9915	0,9944	-	-
B	1,0000	0,9997	0,85	0,53
C	0,9965	0,9955	0,50	0,11
D	0,9991	0,9998	0,76	0,54

#### Keterangan :

A, B, C, D : Metode destruksi sampel dengan campuran HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% berturut-turut yaitu 3:0; 3:0,5; 3:1; 3:2

Presentase kemiripan hasil <5% : Hasil uji kedua metode tidak berbeda nyata

Presentase kemiripan hasil >5% : Hasil uji kedua metode berbeda nyata

Nilai koefisien korelasi ( $R^2$ ) yang diperoleh dalam hasil penelitian ini telah memenuhi syarat linearitas yaitu lebih besar dari 0,99 (Miller dan Miller, 2005), sehingga dapat disimpulkan bahwa berdasarkan linearitas semua metode destruksi basah yang digunakan dalam penelitian ini dapat diterima untuk analisis kadar logam Fe dan Zn dalam sampel susu kental manis.

#### Akurasi

Uji akurasi digunakan untuk mengetahui hilangnya kadar logam pada saat proses destruksi yang dinyatakan sebagai uji perolehan kembali (*recovery*) (AOAC, 2012).

Hasil uji akurasi dalam penelitian ini disajikan pada Tabel 2 dan 3.

Tabel 2. % *Recovery* dan Uji-t Logam Fe

Metode Destruksi Basah	% <i>recovery</i> ± SD	$t_{hitung}$	$t_{tabel}$
A	99,06±0,0348	-	
B	99,29±0,0077	0,0821	2,4469
C	97,85±0,0109	0,2895	
D	97,98±0,0255	0,3451	

Tabel 3. % *Recovery* dan Uji-t Logam Zn

Metode Destruksi Basah	% <i>recovery</i> ± SD	$t_{hitung}$	$t_{tabel}$
A	70,86±0,0089	-	
B	88,91±0,0088 <sup>a,d</sup>	3,7884, 2,8046	2,7764
C	74,69±0,0062	0,5718	
D	91,40±0,0075 <sup>a,b</sup>	4,3394, 2,8046	

#### Keterangan :

A, B, C, D : Metode destruksi sampel dengan campuran HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% berturut-turut yaitu 3:0; 3:0,5; 3:1; 3:2

$t_{hitung} > t_{tabel}$  : hasil uji kedua metode berbeda nyata

Berdasarkan Tabel 2 dan Tabel 3 bahwa rata-rata nilai % *recovery* yang dihasilkan dalam penelitian ini telah memenuhi syarat akurasi yaitu 70-120% (Pihlstrom, 2009). Nilai akurasi yang mendekati 100% menunjukkan bahwa metode yang diterapkan dalam analisis memiliki tingkat akurasi yang baik sebab memiliki kesesuaian antara nilai rata-rata hasil pengukuran dengan nilai yang sebenarnya (AOAC, 2012).

#### Presisi

Hasil uji presisi logam Fe dan Zn dapat dilihat pada Tabel 4 dan Tabel 5.

Tabel 4. Hasil Uji Presisi dan Uji-t Logam Fe

Metode Destruksi Basah	Standar Deviasi Relatif (RSD) %	$t_{hitung}$	$t_{tabel}$
A	0,82	-	
B	0,16*	3,6773, 1,0805	2,4469
C	0,27*	2,6706, 1,0805	
D	0,49	1,5929	

Tabel 5. Hasil Uji Presisi dan Uji-t Logam Zn

Metode Destruksi Basah	Standar Deviasi Relative (RSD) %	$t_{hitung}$	$t_{tabel}$
A	1,31	-	
B	1,41	0,1045	2,7764
C	1,50	0,1906	
D	0,98	0,5013	

**Keterangan :**

A, B, C, D : Metode destruksi sampel dengan campuran HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% berturut-turut yaitu 3:0; 3:0,5; 3:1; 3:2

$t_{hitung} > t_{tabel}$  : hasil uji kedua metode berbeda nyata

Hasil uji presisi pada Tabel 4 dan 5 menunjukkan bahwa apabila nilai rata-rata RSD yang dihasilkan dalam analisis  $\leq 1\%$ , berarti tingkat ketelitian yang dimiliki oleh metode tersebut tergolong sangat teliti (Sumardi, 2002). Nilai RSD yang berada pada rentang 1-2% menunjukkan bahwa metode yang diterapkan memiliki tingkat ketelitian yang tergolong cukup teliti (Sumardi, 2002).

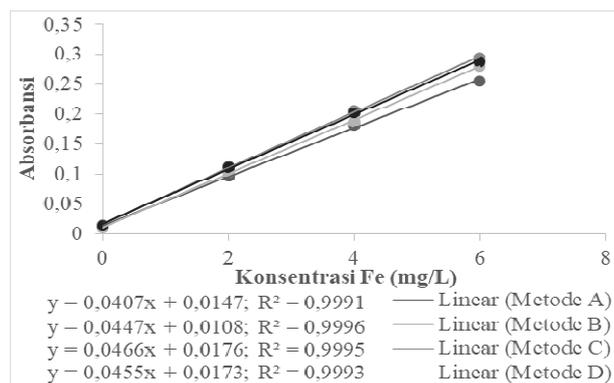
**Penentuan Variasi Pendestruksi Terbaik dalam Analisis Logam Fe dan Zn dalam Susu Kental Manis Menggunakan Metode Destruksi Basah**

Berdasarkan hasil uji parameter dalam validasi metode analisis yang meliputi uji linearitas, uji akurasi dan uji presisi disimpulkan bahwa semua metode destruksi basah dapat diterima karena telah memenuhi kriteria parameter yang telah diterapkan dalam validasi metode analisis. Namun, analisis logam Fe dalam susu kental manis lebih baik menggunakan metode B karena memiliki nilai presisi yang lebih baik sedangkan analisis logam Zn lebih baik menggunakan metode D karena memiliki nilai % recovery yang lebih mendekati 100%.

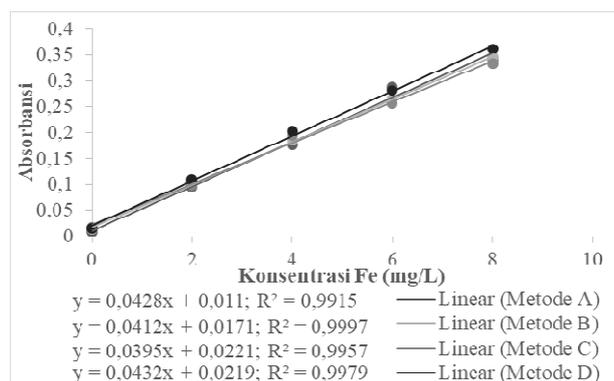
**Penentuan Konsentrasi Fe dan Zn dalam Sampel Susu Kental Manis**

Penentuan kadar Fe dan Zn dalam susu kental manis

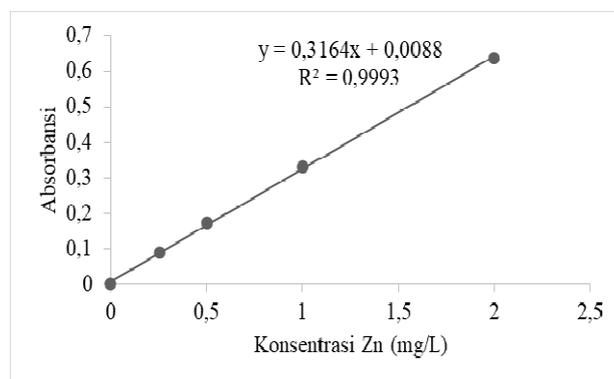
Kurva adisi standar Fe dan kurva kalibrasi Zn yang dihasilkan pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 1.



(a)



(b)

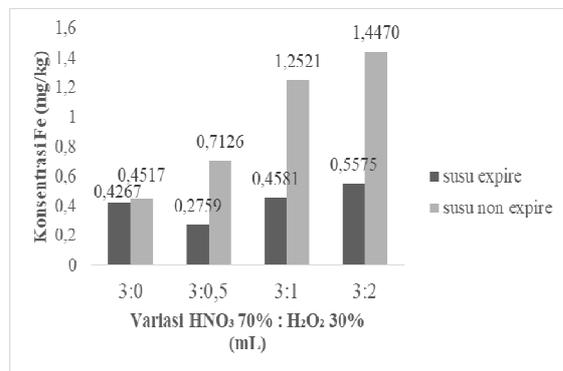


(c)

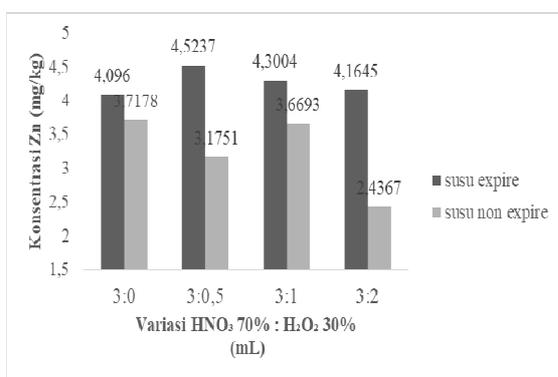
Gambar 1. Kurva adisi standar logam Fe pada susu kental manis *expire* (a) susu kental manis *non expire* (b) Kurva kalibrasi Zn (c)

Menurut Miller dan Miller (2005), syarat nilai koefisien korelasi (r) yang baik apabila  $r > 0,99$ . Sehingga nilai r yang dihasilkan dalam penelitian ini dapat diterima dan digunakan dalam analisis Fe dan Zn pada sampel susu kental manis.

Hasil analisis Fe dan Zn pada sampel susu kental manis *expire* dan *non expire* disajikan pada Gambar 2.



(a)

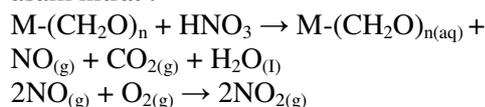


(b)

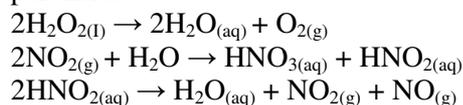
Gambar 2. Diagram konsentrasi logam Fe (a) dan Zn (b) dalam sampel susu kental manis pada berbagai variasi pendestruksi HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Gambar 2 menunjukkan bahwa semakin besar volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yang ditambahkan dalam proses destruksi basah maka kadar Fe yang dihasilkan dalam susu kental manis *non expire* mengalami peningkatan. Hal ini terjadi karena semakin besar volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yang ditambahkan maka kekuatan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> sebagai oksidator akan semakin kuat. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> akan terurai menjadi H<sub>2</sub>O dan O<sub>2</sub>. Selanjutnya, H<sub>2</sub>O bereaksi dengan gas NO<sub>2</sub> yang merupakan hasil dari proses oksidasi bahan organik oleh HNO<sub>3</sub> sehingga terbentuk HNO<sub>3</sub> kembali. HNO<sub>3</sub> akan mendestruksi sisa bahan organik, sedangkan HNO<sub>2</sub> yang dihasilkan akan terurai menjadi gas NO dan NO<sub>2</sub>. Proses ini akan terus berlangsung hingga semua bahan organik dalam sampel telah terdekomposisi secara sempurna (Wulandari dan Sukesi, 2013). Reaksi selengkapnya dapat dilihat dibawah ini:

- Reaksi antara senyawa organik dengan asam nitrat :



- Reaksi pada saat penambahan hidrogen peroksida :



Kadar Fe untuk susu kental manis *expire* diperoleh lebih kecil pada saat didestruksi basah dengan HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yaitu 3:0,5. Menurunnya kadar Fe disebabkan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> bersifat sebagai penghambat. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> membentuk radikal hidroksil pada saat proses destruksi basah sehingga memasuki tahap-tahap reaksi radikal yang mengakibatkan ikatan antarmolekul sangat kuat sehingga logam akan lebih sulit putus (Suryohudoyo, 1993). Kadar Fe pada sampel susu kental manis *expire* lebih rendah bila dibandingkan dengan kadar Fe pada susu kental manis *non expire*. Rendahnya kadar Fe pada susu kental manis *expire* kemungkinan disebabkan adanya aktivitas bakteri asam laktat yang memanfaatkan Fe dalam mengkonversi karbohidrat menjadi asam laktat (Amin dan Leksono, 2001) akibatnya, konsentrasi Fe mengalami penurunan seiring bertambahnya waktu.

Kadar Zn pada susu kental manis *non expire* dan *expire* mengalami fluktuasi dengan adanya penambahan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% dalam volume yang berbeda-beda. Penurunan kadar Zn disebabkan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> bersifat sebagai penghambat. Sedangkan peningkatan konsentrasi Zn terjadi karena H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> berperan sebagai oksidator. Kadar Zn dalam sampel susu kental manis *expire* lebih tinggi bila dibandingkan dengan kadar Zn pada susu kental manis *non expire*. Tingginya kadar Zn pada susu kental manis *expire* kemungkinan disebabkan sebagian logam Zn yang berasal dari wadah kaleng mengalami pengikisan dan ikut melarut ke dalam susu karena kondisi asam yang dimiliki oleh susu *expire*. Menurunnya pH pada susu disebabkan adanya aktivitas mikroorganisme yang mengubah laktosa menjadi asam laktat (Erlina dan Zuraida, 2008).

Untuk mengetahui adanya perbedaan hasil analisis kadar logam Fe dan Zn pada perlakuan pendestruksi sampel yang berbeda-

beda dalam destruksi basah maka dilakukan uji hipotesis (uji-t) berpasangan yang dapat dilihat pada Tabel 6 dan 7.

Tabel 6. Hasil Uji-t Kadar Logam Fe pada Susu *Expire* dan *Non Expire*

Susu	Metode Destruksi Basah	Kadar (mg/kg)	$t_{hitung}$	$t_{tabel}$
<i>Expire</i>	A	0,4267	-	2,776
	B	0,2759	1,9700	
	C	0,4581	0,3418	
	D	0,5575	1,7889	
<i>Non Expire</i>	A	0,4517	-	2,776
	B	0,7126*	2,9279	
	C	1,2521*	9,5677	
	D	1,4470*	5,3382	

Tabel 7. Hasil Uji-t Kadar Logam Zn pada Susu *Expire* dan *Non Expire*

Susu	Metode Destruksi Basah	Kadar (mg/kg)	$t_{hitung}$	$t_{tabel}$
<i>Expire</i>	A	4,0960	-	2,776
	B	4,5237*	40,0032	
	C	4,3004*	16,8295	
	D	4,1645*	6,5947	
<i>Non Expire</i>	A	3,7178	-	2,776
	B	3,1751*	26,4572	
	C	3,6693*	2,9117	
	D	2,4367*	69,7622	

**Keterangan :**

$t_{hitung} < t_{tabel}$  : hasil uji kedua metode tidak berbeda nyata

$t_{hitung} > t_{tabel}$  : hasil uji kedua metode berbeda nyata

Berdasarkan hasil uji hipotesis pada Tabel 6 dan 7, nilai  $t$  hitung sampel susu kental manis *non expire* yang didestruksi basah dengan menggunakan variasi pendestruksi HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% untuk metode B (3:0,5) ; metode C (3:1); metode D (3:2) berturut-turut sebesar 2,9279; 9,5677; 5,3382 apabila dibandingkan dengan metode A dengan nilai  $t_{tabel}$  sebesar 2,776. Nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$  yang artinya hasil kedua metode berbeda secara nyata sehingga penambahan volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yang bervariasi dalam proses destruksi basah memberikan hasil yang berbeda nyata terhadap kadar Fe dalam susu kental manis *non expire*. Sedangkan, nilai  $t$  hitung sampel susu kental manis *expire* yang didestruksi basah dengan menggunakan variasi pendestruksi HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% untuk metode B (3:0,5) ; metode C (3:1); metode D (3:2) berturut-turut sebesar 1,9700; 0,3418; 1,7889 apabila dibandingkan

dengan metode A dengan nilai  $t_{tabel}$  sebesar 2,776. Nilai  $t_{hitung} < t_{tabel}$  yang artinya hasil kedua metode tidak berbeda secara nyata sehingga penambahan volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yang bervariasi dalam proses destruksi basah memberikan hasil yang tidak berbeda nyata terhadap kadar Fe dalam susu kental manis *expire*.

Untuk logam Zn, nilai  $t$  hitung sampel susu kental manis *non expire* dan *expire* yang didestruksi basah dengan menggunakan variasi pendestruksi HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% untuk metode B (3:0,5) ; metode C (3:1); metode D (3:2) berturut-turut sebesar 26,4572; 2,9117; 69,7622 untuk susu *non expire* dan 40,0032; 16,8295; 6,5947 untuk susu *expire* apabila dibandingkan dengan metode A dengan nilai  $t_{tabel}$  sebesar 2,776. Nilai  $t_{hitung} > t_{tabel}$  yang artinya hasil kedua metode berbeda secara nyata sehingga penambahan volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yang bervariasi dalam proses destruksi basah memberikan hasil yang berbeda nyata terhadap konsentrasi Zn dalam susu kental manis *non expire* dan *expire*.

## SIMPULAN DAN SARAN

### Simpulan

Simpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Perbandingan variasi pendestruksi HNO<sub>3</sub> 70% : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% terbaik dalam metode destruksi basah adalah 3:0,5 (metode B) untuk analisis Fe dan 3:2 (metode D) untuk analisis Zn.
2. Penambahan volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yang bervariasi dalam destruksi basah untuk analisis Fe memberikan hasil yang berbeda nyata untuk susu kental manis *non expire* dan memberikan hasil yang tidak berbeda nyata dalam susu kental manis *expire*. Sedangkan dalam analisis Zn, penambahan volume H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 30% yang bervariasi memberikan hasil yang berbeda nyata baik susu kental manis *expire* maupun *non expire*.
3. Analisis Fe dalam susu kental manis *expire* dan *non expire* menggunakan metode destruksi B berturut-turut diperoleh kadar Fe 0,2759 dan 0,7126 mg/kg sedangkan untuk analisis kadar Zn diperoleh 4,1645 dan 2,4367 mg/kg dengan menggunakan metode destruksi D. Kadar Fe dan Zn masih berada dibawah batas maksimum yang ditetapkan oleh SNI.

## Saran

Adapun hal yang dapat disarankan adalah untuk analisis Zn dalam susu kental manis lebih baik menggunakan variasi pendestruksi lainnya dengan metode ICPE untuk melihat perbedaan akurasi dan presisi yang dihasilkan dalam parameter validasi metode destruksi basah.

## UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis menghaturkan terima kasih sebesar-besarnya kepada Ibu Dr.Dra. Ni Wayan Bogoriani, M.Si., Ibu Dra. Ni Made Puspawati, M.Phil., Ph.D., dan Ibu Ni Komang Ariati, S.Si., M.P yang telah ikut terlibat aktif memberikan kritik dan saran dalam penyelesaian penulisan karya ilmiah ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Amin dan Leksono. 2001. *Efektivitas Bakteri Asam Laktat dalam Menghambat Bakteri*. Jogyakarta:Airlangga
- AOAC. 2012. *Official Methods of Analysis of The Association Agricultural Chemists. 10<sup>th</sup> ed.* Washington DC
- Dewisartika, V., Afkar, Z., Yerimadesi. 2012. Analisis Kadar Logam Timbal (Pb) dan Tembaga (Cu) pada Susu Kental Manis Kemasan Kaleng dengan Metoda Spektrofotometri Serapan Atom. *Chemistry Journal of State University of Padang*. 1(2): 59-62
- 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
- Erlina, S., dan Zuraida, A. 2008. *Derajat Keasaman dan Angka Reduktase Susu Sapi Pasteurisasi dengan Lama Penyimpanan yang Berbeda*. 23 (3): 185-194
- Julianti, E., dan Nurminah, M. 2007. *Buku Ajar Teknologi Pengemasan*, Departemen Teknologi Pertanian. Medan:Fakultas Pertanian USU
- Kartini, A. N. 2011. Analisis Kandungan Zn dan Pb dalam Susu Kental Manis Kemasan Kaleng Secara Spektrofotometri Serapan Atom. *Tesis*. Yogyakarta: Universitas Negeri Yogyakarta
- Miller, J. C. and Miller, J. N. 2005. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry. 5<sup>th</sup> ed.* Pearson Education Limited. Edinburgh Gate. England. 111
- Pihlstrom, T. 2009. *Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residue in Food and Feed*. Sweden: Sanco
- Saleh, E. 2004. *Teknologi Pengolahan Susu dan Hasil Ikutan Ternak*. Medan: USU digital library
- Sheeladevi, A., Ramanathan, N. 2011. Lactic Acid Production Using Lactic Acid Bacteria under Optimized Conditions. *International Journal Pharm Biological Arch* . 2 (6) : 1686-1691
- Standar Nasional Indonesia. SNI 01-3548-1994. *Pangan dan Ikan Kaleng*
- Standar Nasional Indonesia. SNI 01-2971-1998. *Susu Kental Manis*
- Sumardi. 2002. *Validasi Metode Pengujian*. Jakarta: Pusat Standardisasi dan Akreditasi Sekretariat Jendral Departemen Pertanian
- Suryohudoyo, P. 1993. *Oksidan, Antioksidan, dan Radikal Bebas*. Surabaya: Laboratorium Biokimia Fakultas Kedokteran Unair
- Susianto, N. 2009. [www.studiobelajar.com/korosi/](http://www.studiobelajar.com/korosi/), tanggal akses 19 September 2018
- Wulandari, E. A., dan Sukei. 2013. Preparasi Penentuan Kadar Logam Pb, Cd dan Cu dalam Nugget Ayam Rumput Laut Merah (*Eucaema cottonii*). *Jurnal Sains dan Seni Pomits*. 2 (2): 2337-3520
- Wulandari, N., Afkar, Z., dan Kurniawati, D. 2012. Analisis Kadar Logam Timah (Sn) dan Kromium (Cr) pada Susu Kental Manis Kemasan Kaleng dengan Metoda Spektrofotometri Serapan Atom. *Chemistry Journal of State University of Padang*. 1 (2): 34-38