

**PENETAPAN KADAR BESI (Fe) TOTAL DALAM SUSU FORMULA DENGAN  
MENGUNAKAN METODE ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY**

Wiranti Sri Rahayu, Eddy Soemardi, Siti kholifatun Juniati

*Fakultas Farmasi Universitas Muhammadiyah Purwokerto Jl Raya Dukuwaluh PO BOX  
202 Kembaran Purwokerto 53182 Telp 0281 636725*

**ABSTRAK**

Spektrofotometri serapan atom dapat digunakan untuk mengetahui kadar besi dalam susu dengan metode destruksi basah pada panjang gelombang 248,3 nm. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar besi (Fe) pada susu formula sesuai dengan yang tertera pada etiket dan validasinya metodenya.

Validasi metode yang dilakukan meliputi uji linieritas, uji presisi alat, uji akurasi, limit deteksi dan limit kuantitasi. Hasil uji linieritas ditunjukkan dengan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) 0,998 ( $>0,878 r_{tabel}$ ). Uji presisi alat dengan *Standart Deviation* (SD) sebesar 0,012, *Relative Standart Deviation* (RSD) sebesar 1,835% dan ketelitian alat sebesar 98,165%. Uji akurasi pada sampel A diperoleh nilai perolehan kembali (recovery) rata-rata sebesar 91,317% (standar 80-120%) dan kesalahan sistematik 8,683%. Limit deteksi dari penelitian ini 1,75 ppm, jadi metode ini valid.

Pada penelitian ini kadar besi (Fe) yang didapat tidak sama dengan yang tertera pada etiket. Hasil perbandingan antara kadar sampel lebih kecil dari etiket.

Kata kunci: besi, spektrofotometri serapan atom, susu.

**ABSTRACT**

*Atomic absorption spectrophotometry can be used to determine iron in milk by wet ashing destruction method at wave length 248.3 nm. There research is aimed to know iron in formula milk it is based on the label and validation of the analytical method.*

*According to validation is linearity test, precision test, accurate test, limit of detection and limit of quantitation. Linearity test showed with correlation ( $r$ ) 0.998 ( $>0.878 r_{table}$ ). Toll precision test with Standard Deviation (SD) 0.012%, Relative Standard Deviation (RSD) 1.835% and detection tool 98.165 %. The sample A of Accurate test with recovery 91.317% (standard 80 – 120 %) dan systematic error 8.683 %. Limited of detection according to the research is much 1.75 ppm, this valid method.*

*At this iron research, it has been got different with the label. The compare result is smaller than label.*

*Key words : iron, atomic absorption spectrophotometry, milk.*

## Pendahuluan

Susu merupakan sumber gizi terbaik bagi manusia yang baru dilahirkan. Susu disebut sebagai makanan yang hampir sempurna karena kandungan zat gizinya yang lengkap. Selain mengandung air, susu juga mengandung protein, karbohidrat, lemak, mineral, enzim-enzim, gas serta vitamin A, C dan D dalam jumlah memadai. Manfaat susu merupakan hasil dari interaksi molekul-molekul yang terkandung didalamnya. Susu segar merupakan cairan yang berasal dari kambing, sapi sehat dan bersih yang diperoleh dengan cara pemerahan yang benar yang kandungan alaminya tidak dikurangi atau ditambah sesuatu apapun dan belum mendapat perlakuan apapun (SNI 01-3141-1998).

Susu olahan yang beredar di pasaran saat ini kebanyakan adalah susu formula. Susu formula sudah mengalami pencampuran dengan bahan-bahan lain yang sesuai dengan kebutuhan. Maka dikenal adanya susu dengan kalsium tinggi untuk orang tua, susu dengan vitamin tertentu untuk pertumbuhan anak-anak. Masyarakat sering dibuat bingung oleh banyaknya pilihan yang ditawarkan para produsen susu tersebut. Apalagi dengan iklan

dan “iming-iming” yang katanya bisa membuat anak jadi cerdas, pintar dan berprestasi. Susu formula juga digambarkan dapat memacu pertumbuhan anak, meningkatkan pertumbuhan tulang dan gigi. Susu formula dapat dibagi 2 golongan usia yaitu susu formula awal biasanya diberikan untuk bayi usia 0-6 bulan, yang tidak menerima air susu ibu. Sedangkan susu formula lanjutan untuk bayi berusia 6-12 bulan. ([www.halalmui.or.id](http://www.halalmui.or.id))

Zat besi merupakan salah satu mineral yang dibutuhkan tubuh. Keperluan zat besi anak-anak adalah penting di dalam menyokong pertumbuhan pesat jumlah darah di dalam badan mereka. Keperluan zat besi berbeda dalam setiap tahap umur di dalam pembesaran dan pembentukan anak-anak. Kebutuhan zat besi yang cukup membantu anak-anak untuk mencegah penyakit. Kelebihan ataupun kekurangan zat besi dapat menyebabkan kesehatan tubuh terganggu. Misalnya, kekurangan zat besi dapat menyebabkan anemia. Pada anak-anak dan pemuda, kekurangan zat besi dapat menghambat pertumbuhan dan kecerdasan. Sementara itu, kelebihan zat besi yang

terakumulasi pada organ vital dapat menyebabkan kerusakan hati, penyumbatan pada pembuluh jantung, diabetes, dan lain-lain. Dibutuhkan Fe (besi) sekitar 3 mg perhari bagi bayi yang berumur 0-6 bulan (Sjamsudin, 1995 ; 715)

### Metode Penelitian

#### Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer Serapan Atom Merk Shimadzu AA 6300, lampu *hollow cathoda* Fe, alat-alat gelas, *Heating mantel*, lemari asam, neraca analitik shimadzu AY 220.

Bahan yang digunakan adalah susu balita yang mengandung Fe, larutan  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  1000 mg/L p.a (merck),  $\text{HNO}_3$  p.a (merck), HCl p.a (merck), aquabidest (merck), saringan membran Whatman berpori 0,45  $\mu\text{m}$ .

#### Prosedur Penelitian

##### Pembuatan larutan stok

Larutan induk  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  1000 ppm dipipet sebanyak 1 mL kedalam labu ukur 10 mL, kemudian diencerkan sampai 10 mL dengan aquabidest. Sehingga diperoleh larutan stok dengan konsentrasinya 100 ppm.

##### Pembuatan kurva baku

Larutan baku Fe 100 ppm diambil dengan pipet ukur sebanyak 0,2; 0,8; 1,4; 2,0 dan 2,6 mL, masing-masing dimasukan ke dalam labu ukur 10 mL. Lalu ditambahkan aquabidest sampai tepat tanda batas sehingga diperoleh konsentrasi 2, 8, 14, 20 dan 26 ppm. Alat SSA dioptimalkan sesuai petunjuk penggunaan alat. Kemudian larutan standar yang telah dibuat, diaspirasikan pada alat SSA. Hubungan antara absorbansi dan konsentrasi dibuat untuk mendapatkan persamaan regresi linier.

##### Uji Presisi

Larutan baku Fe dengan konsentrasi 14 ppm diaspirasikan pada alat SSA sebanyak 5 kali. Menurut Harmita (2004:14), hasil absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk menghitung harga absorpsi rata-rata ( $\bar{X}$ ), *Standar deviation* (SD), *Relative Standar Deviation* (RSD).

##### Uji akurasi

Sampel susu diambil sebanyak 100 gr ditimbang dengan neraca analisis dibuat duplo dengan berat yang sama, salah satu sampel ditambahkan larutan standar Fe 8; 14 dan 20 ppm sebanyak 5 mL, kemudian ditambah 25 mL HCl dan dipanaskan diatas kompor listrik selama  $\pm$  15 menit. Setelah dingin filtrat

disaring dengan kertas saring. Filtrat didestruksi dengan memanaskan perlahan-lahan di atas kompor listrik sampai larutan menjadi jernih. Tiap kali tambahkan  $\text{HNO}_3$  sebanyak 5 mL sampai jernih. Aduk sampai homogen dengan pengaduk kaca. Ukur volumenya dari hasil destruksi. Kemudian disaring dengan kertas whatman lalu dipipet sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditepatkan 10 mL dengan aquabidest. Larutan tersebut diaspirasikan pada alat SSA dengan panjang gelombang 248,3 nm sebanyak 3 kali replikasi. Hasil absorbansi yang telah diperoleh digunakan untuk menghitung harga perolehan kembali dengan memasukkannya ke dalam persamaan kurva baku.

#### Penetapan kadar

Sampel susu ditempatkan pada gelas arloji yang sebelumnya ditara terlebih dahulu, diambil sebanyak 100 gr ditimbang dengan neraca analitik. Masing-masing dimasukkan ke dalam gelas piala kemudian ditambahkan 25 mL HCl dan dipanaskan selama  $\pm 15$  menit setelah dingin filtrat kemudian disaring menggunakan kertas saring.

Filtrat didestruksi dengan memanaskan perlahan-lahan sampai larutan menjadi jernih diatas kompor listrik. Tiap kali ditambahkan  $\text{HNO}_3$  5 mL sampai jernih, aduk sampai homogen dengan pengaduk kaca. Diukur volume hasil destruksi. Kemudian disaring dengan kertas whatman lalu dipipet sebanyak 5 mL masukan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditepatkan 10 mL dengan aquabidest, diaspirasikan pada alat SSA.

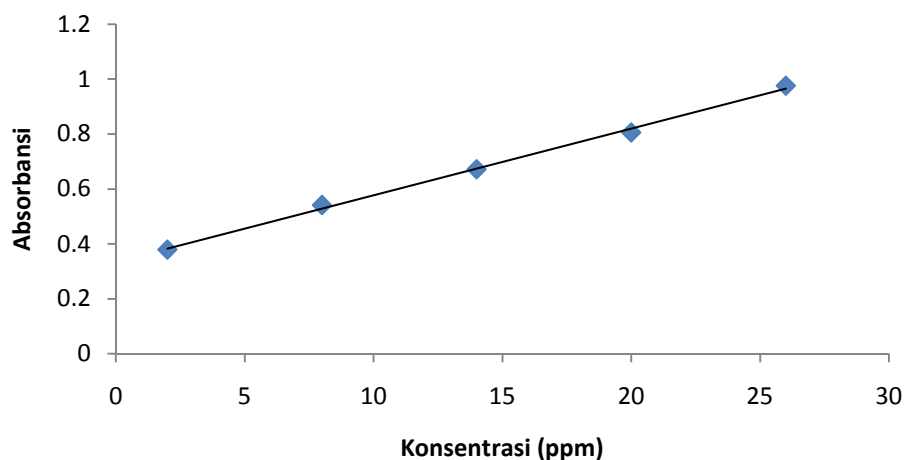
#### Hasil dan Pembahasan

##### Penentuan kurva baku

Persamaan regresi linier yang diperoleh pada panjang gelombang 248,3 nm adalah  $y = 0,024x + 0,335$  dengan korelasi (r) sebesar 0,998.

##### Uji presisi

Dari hasil perhitungan diperoleh harga *Standart Deviation* (SD) yaitu 0,012. Sedangkan untuk persen *Relative Standart Deviation* (RSD) sebesar 1,835 % dan ketelitian alat sebesar 98,165 %. Vanderwielen, *et al.*, menyatakan bahwa ketelitian alat dapat dikatakan baik apabila *relative standard deviasi* (RSD) kurang dari atau sama dengan 5% (Harmita, 2004:118).



**Gambar 1.** Kurva hubungan konsentrasi baku besi (ppm) dan serapan

**Tabel 1** Data Perhitungan Uji Presisi Alat

Ulangan	Serapan
1	0,664
2	0,667
3	0,656
4	0,645
5	0,638
<b>Serapan rata-rata</b>	0,654
<b>SD</b>	0,012
<b>%RSD</b>	1,835
<b>ketelitian alat</b>	98,165

#### LOD dan LOQ

Hasil perhitungan yang diperoleh menunjukkan harga batas deteksi diperoleh nilai sebesar 1,75 ppm, sedangkan untuk hasil batas kuantitasi diperoleh nilai sebesar 5,833 ppm.

#### Uji akurasi

Hasil uji akurasi menunjukkan bahwa nilai recovery rata-ratanya adalah

91,317% sehingga metode yang digunakan dapat dikatakan akurat. . Suatu metode mempunyai akurasi yang baik apabila harga perolehan kembali sebesar 80%–120% (Gunawan, 1994:45). Metode ini dapat diterima karena masuk dalam batas yang disyaratkan.

**Tabel 2** Data uji akurasi

Ulangan	Sampel susu	Pengenceran	Serapan	Kadar	Recovery
1	Sampel susu (100)gr + larut	2x	0,654	13,292	87,5 %
	Fe standar 8 ppm 5 mL	2x	0,738	16,792	
2	Sampel susu (100)gr + larut	2x	0,652	13,208	91,675 %
	Fe standar 8 ppm 5 mL	2x	0,740	16,875	
3	Sampel susu (100)gr + larut	2x	0,651	13,167	94,775 %
	Fe standar 8 ppm 5 mL	2x	0,742	16,958	
Rata-rata recovery					91,317 %
SD					3,651
% RSD					3,998 %
Kesalahan sistematik					8,683 %

**Tabel 3** Data hasil penetapan kadar sampel

Sampel	Kadar (ppm)	Kadar rata-rata (mg/g)	Etiket (mg/g)	Perbandingan (%)
A	9,542	0,010 mg/g	6 mg/g	17,870 %
	9,646			
	10,667			
	11,271			
	11,542			
	11,667			
B	9,520	0.011 mg/g	7 mg/g	16,160 %
	9,667			
	11,188			
	11,750			
	12,750			
	13,125			
C	6,375	0,008 mg/g	5,1 mg/g	15,700 %
	7,125			
	7,979			
	8,104			
	8,542			
	9,917			

### Penetapan kadar

Untuk sampel A mempunyai kadar rata-rata sebesar 10,722 ppm, sampel B sebesar 11,312 ppm dan sampel C sebesar 8,007 ppm. Pada penelitian ini kadar besi (Fe) yang didapat tidak sama dengan yang tertera pada etiket. Hasil yang ada pada kadar lebih kecil dari etiket.

### Kesimpulan

Berdasarkan dari hasil penelitian dapat diambil kesimpulan sebagai berikut hasil uji penetapan kadar besi (Fe) menunjukkan bahwa kadar rata-rata sampel A sebesar 10,722 ppm, sampel B sebesar 11,312 ppm, sampel C sebesar 8,007 ppm. Kadar besi (Fe) yang didapat tidak sama dengan yang tertera pada etiket.

### Daftar Pustaka

- Badan Pengendalian Dampak Lingkungan. 1998. *Standar Nasional Indonesia*, SNI 01-3141-1998 Cara Uji Kadar Besi Dalam Air. Jakarta : BAPEDAL
- Badan Pengendalian Dampak Lingkungan. 1999. *Standar Nasional Indonesia*, SNI 01-2970-1999 Cara Uji Kadar Besi Dalam Air. Jakarta : BAPEDAL
- Badan Pengendalian Dampak Lingkungan. 1991. *Standar Nasional Indonesia*, SNI 01-3141-1998 *Metode Pengujian Kadar Besi Dalam Air Dengan Alat Spektrofotometer Serapan Atom Langsung*. Jakarta : BAPEDAL
- Badan Pengendalian Dampak Lingkungan. 1992. *Standar Nasional Indonesia*, SNI 01-2973-1992 Cara Uji Kadar Besi Dalam Air. Jakarta : BAPEDAL
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya Majalah Ilmu Farmasi*. Volume I No.3. Departemen Farmasi FMIPA-UI. p. 118-853.
- [Http://www.halalmui.or.id/susu\\_pada\\_balita/article&sub=article&act=view&id=90](http://www.halalmui.or.id/susu_pada_balita/article&sub=article&act=view&id=90)
- Sjamsudin, U. 1995. *Logam Berat dan Antagonis*. Dalam Ganiswarna, G.S (ed). *Farmakologi dan Terapi*. Edisi IV. Jakarta: Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia.p.715, 793.