



## Perbandingan Metode Destruksi Basah Dan Kering Pada Penentuan Kadar Logam Fe Dalam Tepung Terigu Secara Spektrofotometri Serapan Atom

Pius D. Ola<sup>1\*</sup>, Ivan G. Tamba<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknik, Universitas Nusa Cendana, Kupang

\*Corresponding author, email: [pius\\_ola@staf.undana.ac.id](mailto:pius_ola@staf.undana.ac.id)

### ABSTRACT

A research has been conducted on the comparison of wet and dry deconstruction methods on the determination of Fe metal content in wheat flour by atomic absorption spectrophotometry. The samples used in this study were wheat flour of the gatot glass, red badge and compass brands coded 1, 2, and 3. The results showed that the average water content for samples 1, 2, and 3 was 12.51%, 12.05%, and 12.46%. The mean value of ash content was 0.5456%, 0.5358% and 0.5463%. The mean values of protein were 7.59%, 7.14% and 9.11%. The results of the anova test at the 95% confidence level showed a significant difference between the dry and wet deconstruction methods. The concentration of Fe in the three types of samples for the dry deconstruction method is 77.33 ppm; 71.40 ppm; 78.15 ppm and for the wet deconstruction method is 76.23 ppm; 70.75 ppm; 75.77 ppm. In the analysis of Fe concentration, dry deconstruction method is better than wet deconstruction method, where the RSD value obtained is 0.2098% and recovery is 98.74% for dry deconstruction method while wet deconstruction method RSD obtained is 0.7335% and recovery is 80.22%.

**Key Words** : Wet Destruction, Dry Destruction, Atomic Absorption Spectrophotometry

### ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang perbandingan perbandingan metode destruksi basah dan kering pada penentuan kadar logam Fe dalam tepung terigu secara spektrofotometri serapan atom. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah tepung terigu merek gatot kaca, lencana merah dan kompas yang diberi kode 1, 2, dan 3. Hasil penelitian menunjukkan rerata kadar air untuk sampel 1, 2, dan 3 adalah 12,51%, 12,05%, dan 12,46%. Nilai rerata kadar abu adalah 0,5456 % , 0,5358% dan 0,5463%. Nilai rerata protein adalah 7,59%, 7,14% dan 9,11%. Hasil uji anova pada tingkat kepercayaan 95% menunjukkan perbedaan yang signifikan antara metode destruksi kering dan destruksi basah. Konsentrasi Fe pada ketiga jenis sampel untuk metode destruksi kering secara berurut adalah 77,33 ppm; 71,40 ppm; 78,15 ppm dan untuk metode destruksi basah yaitu 76,23 ppm; 70,75 ppm; 75,77 ppm. Pada analisis konsentrasi Fe, metode destruksi kering lebih baik daripada metode destruksi basah, dimana nilai RSD yang diperoleh 0,2098% dan *recovery* 98,74% untuk metode destruksi kering sedangkan metode destruksi basah RSD yang di peroleh 0,7335% dan *recovery* 80,22%.

**Kata kunci** : Destruksi basah, Destruksi kering, Spektrofotometri Serapan Atom

### PENDAHULUAN

Pangan adalah salah satu kebutuhan pokok bagi manusia. Semua pangan merupakan campuran bahan-bahan yang dikenal sebagai *nutrien*. Menurut Darmono (1995), logam dapat dibagi menjadi dua bagian, yaitu logam esensial dan nonesensial. Logam esensial adalah logam yang diperlukan dalam proses fisiologi makhluk hidup. Logam ini merupakan unsur nutrisi penting dan jika tubuh kekurangan logam ini, dapat menyebabkan defisiensi mineral. Logam nonesensial merupakan kelompok logam yang tidak berguna atau belum diketahui kegunaannya dalam tubuh makhluk hidup sehingga dapat menyebabkan keracunan. Logam yang termasuk dalam kelompok ini misalnya Cd, Pb, As, dan Hg. Kebutuhan manusia terhadap mineral esensial sangat bervariasi dari beberapa mikrogram/hari hingga kira-kira

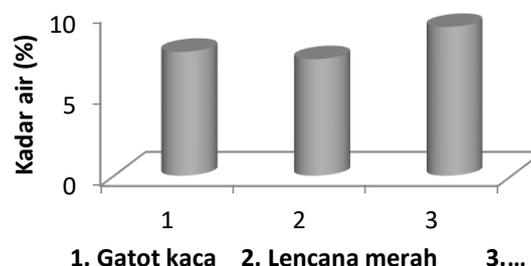
satu gr/hari. Jika asupan mineral rendah untuk beberapa periode, maka tanda-tanda defisiensi akan terlihat. Sebaliknya, kelebihan asupan dapat menyebabkan keracunan. Untuk memenuhi kebutuhan mineral tersebut, maka dilakukan fortifikasi. Fortifikasi merupakan proses memperkuat atau memperkaya suatu bahan. Proses ini merupakan cara penanggulangan masalah gizi yang relatif murah dibandingkan dengan suplementasi (Komari, dkk., 1994).

Salah satu contoh bahan pangan yang difortifikasi adalah tepung. Tepung merupakan bahan pangan yang difortifikasi logam Fe. Tingginya penggunaan tepung terigu di Indonesia mendorong pengusaha untuk memproduksi tepung terigu dengan berbagai merek. Misalnya tepung terigu merek Gatot Kaca, Lencana Merah dan Kompas, dimana ketiga merek tersebut diduga lebih banyak digunakan masyarakat dibandingkan merek lain dengan alasan harganya lebih terjangkau. Standar Nasional Indonesia (SNI) No. 01-3751-2006 menyatakan bahwa tepung terigu mempunyai syarat mutu mengandung logam besi (Fe) minimal 50 mg/kg. Kandungan mineral Fe pada bahan pangan sebelum dan setelah fortifikasi dapat ditentukan dengan destruksi kering dan destruksi basah. Kedua metode tersebut mempunyai keunggulan dan kelemahan sendiri sehingga perlu dibandingkan dan ditentukan kelayakannya dalam analisis logam Fe pada tepung terigu.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Kadar Air

Kadar air merupakan salah satu karakteristik yang sangat penting pada bahan pangan, karena kandungan air dalam bahan pangan dapat mempengaruhi kenampakan, tekstur, serta cita rasa pada bahan pangan. Kadar air merupakan banyaknya air yang terkandung dalam bahan yang dinyatakan dalam persen. Kadar air dalam bahan pangan ikut menentukan kesegaran dan daya awet bahan pangan tersebut. Kadar air yang tinggi mengakibatkan mudahnya bakteri, kapang, dan khamir untuk berkembang biak, sehingga akan terjadi perubahan pada bahan pangan. Makin rendah kadar air, makin lambat pertumbuhan mikroorganisme, sehingga proses pembusukan akan berlangsung lebih lambat (Winarno, 2004). Apabila suatu tepung memiliki kadar air rendah diharapkan memiliki umur simpan yang lebih lama (Danik, 2009).



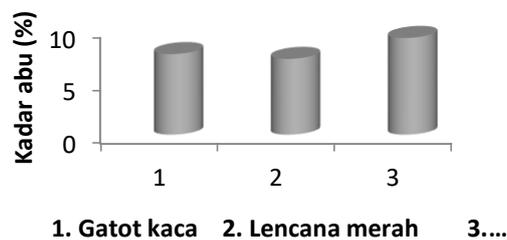
**Gambar 1.** Kadar air pada sampel tepung terigu

Gambar 1 menunjukkan bahwa sampel 1 memiliki rerata kadar air yang lebih tinggi yaitu sebesar 12,51% sedangkan sampel 3 sebesar 12,46%, dan sampel 2 sebesar 12,05%.

Nilai rerata ke 3 sampel tersebut telah memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI, 2006) yang menyatakan bahwa syarat kadar air maksimum yang diperbolehkan untuk tepung terigu adalah 14,5 %.

### Kadar Abu

Kadar abu merupakan banyaknya kandungan oksida logam yang terdiri dari mineral-mineral dalam suatu bahan yang tidak dapat menguap pada proses pengabuan. Abu adalah residu anorganik yang terbentuk setelah air dan zat organik dihilangkan dengan mengoksidasinya melalui pemanasan. Pengerjaan penimbangan harus dilakukan dengan cepat, karena abu yang kering ini umumnya bersifat higroskopik, sehingga bila pengerjaan dilakukan lambat, abu akan bertambah berat karena menyerap uap air dari udara (Sediaoetama, 2000).



**Gambar 2.** Kadar abu pada sampel tepung terigu

Berdasarkan gambar 2 diketahui bahwa rerata kadar abu untuk sampel 1 sebesar 0,5456 % , sampel 2 0,5358% dan sampel 3 0,5463%. Nilai yang diperbolehkan sesuai dengan SNI (2006) tentang tepung terigu bahwa nilai kadar abu maksimum adalah 0,6 % . Kadar abu menggambarkan kandungan mineral dalam suatu sampel bahan makanan. Kadar abu adalah material yang tertinggal bila bahan makanan dibakar dan dipijarkan pada suhu 500-800 °C. Semua bahan organik akan hilang secara sempurna seperti air, CO<sub>2</sub> dan NH<sub>3</sub>, sedangkan elemen-elemen tertinggal sebagai oksidanya (Sediaoetomo, 2000).

### Kadar Protein

Protein merupakan zat organik yang terdiri dari rantai asam amino dan merupakan zat utama seluruh sel hidup, baik tumbuhan maupun hewan. Salah satu cara yang digunakan untuk penetapan kadar protein adalah metode Kjeldahl. Metode Kjeldahl digunakan untuk menganalisis kadar protein dalam bahan makanan secara tidak langsung, karena yang dianalisis dengan cara ini adalah kadar nitrogennya. Dengan mengalikan hasil analisis tersebut dengan angka konversi, maka diperoleh nilai protein dalam suatu bahan makanan. Analisa protein pada dasarnya dibagi menjadi 3 tahapan yaitu:

### Tahap destruksi

Sampel makanan yang akan dianalisis ditimbang kemudian dimasukkan dalam labu destruksi dan didestruksi dengan pemanasan dan penambahan asam sulfat (sebagai oksidator yang dapat mendestruksi makanan), natrium sulfat anhidrat (untuk mempercepat tercapainya titik didih) dan katalis seperti tembaga (Cu), selenium, titanium, atau merkuri (untuk mempercepat reaksi). Destruksi mengubah nitrogen dalam makanan menjadi amonia, sedangkan unsur organik lain menjadi CO<sub>2</sub> dan H<sub>2</sub>O. Gas amonia tidak dilepaskan ke dalam

larutan asam karena berada dalam bentuk ion amonium ( $\text{NH}_4^+$ ) yang terikat dengan ion sulfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) sehingga yang berada dalam larutan adalah Nitrogen makanan dalam bentuk  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ .

### Tahap destilasi

Pada tahap destilasi, ammonium sulfat dipecah menjadi ammonia ( $\text{NH}_3$ ) dengan penambahan NaOH sampai alkalis dan dipanaskan. Ammonia yang dibebaskan selanjutnya akan ditangkap oleh asam klorida atau asam borat. Untuk menjaga agar gas amoniak ( $\text{NH}_3$ ) tidak keluar dari labu penampung, maka ujung pipa destilasi tercelup ke dalam larutan asam. Destilasi diakhiri jika semua amonia sudah terdestilasi sempurna dengan menggunakan campuran (*Bromocresol Green + Metil red*) sebagai indikator.

Reaksi yang terjadi pada tahap destilasi yaitu :

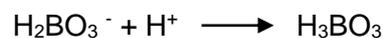


Gas amonia yang dilepaskan dari larutan sampel akan bereaksi dengan asam borat dalam labu penerima. Rendahnya pH larutan di labu penerima mengubah gas amonia menjadi ion amonium serta asam borat menjadi ion borat:

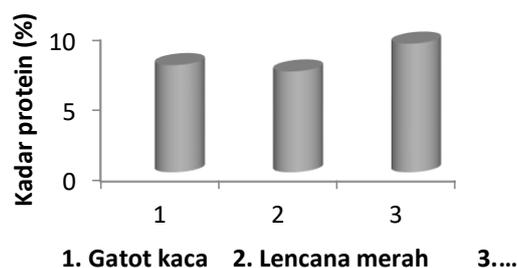


### Tahap titrasi

Kandungan nitrogen dalam sampel diestimasi dengan titrasi ion amonium borat yang terbentuk dengan asam hidroklorida standar ( $\text{HCl}$  0,01N), dengan menggunakan indikator campuran (*Bromocresol Green + Metil red*). Kadar ion hidrogen yang dibutuhkan untuk mencapai titik akhir titrasi setara dengan kadar nitrogen dalam sampel makanan. Reaksi yang terjadi adalah :



Titik akhir titrasi ditandai dengan perubahan warna larutan dari biru menjadi merah muda. Setelah volume titran diketahui, maka kadar protein dapat dihitung.

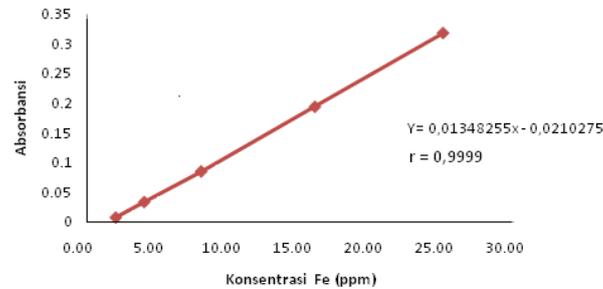


**Gambar 3.** Kadar protein dalam tepung terigu

Gambar 3 menunjukkan bahwa kadar protein sampel 3 lebih tinggi yaitu sebesar 9,11%, sampel 1 sebesar 7,59% dan sampel 2 sebesar 7,14%. Hasil ini telah sesuai dengan syarat yang ditentukan oleh pemerintah bahwa nilai kadar protein dalam tepung terigu minimal 7,0 % (SNI, 2006).

## Kurva Standar Fe

Pembuatan larutan standar Fe dari larutan stok Fe E-Merck 1000 ppm, dimana larutan standar ini diencerkan menjadi 100 ppm kemudian dilakukan pembuatan deretan larutan standar yaitu 2; 4; 8; 16; dan 25 ppm. Ke dalam masing-masing larutan standar ditambahkan 10 mL HNO<sub>3</sub> 1 N lalu ditepatkan hingga garis tanda dengan akuades dalam labu 50 mL. Hal ini dilakukan agar matriks dalam larutan standar ekuivalen dengan matriks dalam sampel.



**Gambar 4.** Kurva standar besi (Fe)

Persamaan regresi linier dari kurva standar Fe adalah  $y = 0,0134825x - 0,0210275$  ( $y = bx + a$ ). Dimana  $y$  adalah absorbansi,  $b$  (slope),  $x$  (konsentrasi) dan  $a$  (intersep). Nilai linearitas yang diperoleh yaitu sebesar 0,9999, artinya  $\pm 99\%$  perubahan absorbansi dipengaruhi oleh perubahan konsentrasi Fe, sedangkan  $\pm 1\%$  dipengaruhi faktor lain.

### Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi

Batas deteksi (LOD) adalah suatu parameter untuk penentuan suatu sampel dengan kadar yang terkecil akan tetapi masih memberikan sinyal yang dapat ditangkap detektor, sedangkan batas kuantitasi (LOQ) adalah kadar terkecil dari sampel yang dapat dianalisis dengan hasil penentuan kuantitatif yang menunjukkan kecermatan dan ketelitian yang memadai (Mulja dan Suharman, 1995). Batas terkecil dari suatu analit yang masih dapat ditentukan atau dideteksi oleh kurva standar Fe berdasarkan perhitungan pada adalah LOD = 0,4042 ppm dan LOQ = 1,3472 ppm.

### Sensitivitas

Sensitivitas kurva standar Fe dinyatakan dengan *slope* dari grafik absorbansi terhadap konsentrasi. Nilai sensitivitas yang didapatkan adalah 0,0134825. Nilai ini menunjukkan bahwa setiap satu satuan perubahan konsentrasi akan menghasilkan perubahan absorbansi sebesar 0,0134825.

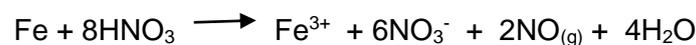
### Penentuan Konsentrasi Fe dalam sampel dengan metode destruksi basah dan kering.

Preparasi sampel merupakan langkah yang penting dalam analisis unsur-unsur mikro yang menggunakan SSA. Pemilihan metode preparasi sampel sangat menentukan perolehan/ hasil analisis. Pada tahap preparasi sampel, bahan-bahan organik dalam sampel harus di destruksi terlebih dahulu. Ada dua prosedur yang umum digunakan untuk mendestruksi bahan-bahan organik dalam sampel yaitu dengan destruksi basah dan destruksi kering.

Tujuan destruksi adalah untuk memutuskan ikatan antara senyawa organik dengan logam yang akan dianalisis. Pada penelitian ini digunakan dua metode untuk membandingkan metode yang lebih baik/tepat untuk analisa logam Fe dalam tepung terigu.

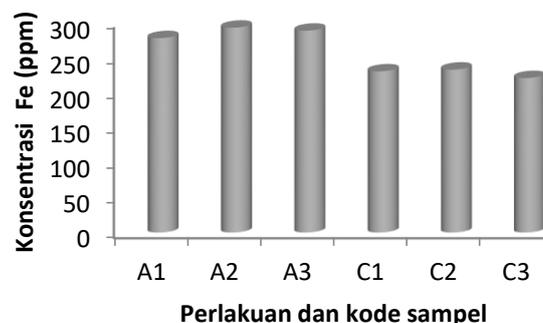
### Destruksi Basah

Pada destruksi basah, bahan organik terurai dalam larutan oleh asam pengoksidasi dan panas seperti  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$  dan  $HClO_4$  sedangkan residu anorganiknya tertinggal dalam larutan (Day dan Underwood, 2001). Penambahan larutan pengoksidasi tersebut dilakukan untuk mempercepat proses destruksi. Pada penelitian ini, zat pengoksidasi yang digunakan adalah  $HNO_3$ , hal ini dikarenakan sifat besi (Fe) yang dapat larut dalam  $HNO_3$ . Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut :



### Destruksi Kering

Destruksi kering merupakan perombakan senyawa-senyawa organik dengan cara pengabuan sampel pada suhu pemanasan tertentu. Pada destruksi kering sampel terlebih dahulu diarangkan dengan kompor listrik, kemudian diabukan dalam tanur pada suhu 500 – 600 °C sehingga diharapkan bahan organik terbakar sempurna dan yang sisa hanya bahan anorganik. Sampel yang telah berubah menjadi abu dilarutkan dengan 10 mL  $HNO_3$  1 N lalu dipanaskan di atas penangas listrik hingga abu larut sempurna kemudian dimasukkan dalam labu 50 mL sambil disaring dan ditepatkan hingga garis tanda dan dikocok lalu diukur serapannya dengan menggunakan SSA



**Gambar 5.** Konsentrasi Fe pada tepung terigu

Destruksi kering (A) memberikan hasil yang lebih besar daripada destruksi basah (C). Hasil rerata kadar Fe pada metode destruksi kering dan basah secara berturut-turut adalah: 77,33 ppm, 71,40 ppm, 78,15 ppm, 76,23 ppm, 70,75 ppm, dan 75,77 ppm. Pada kedua metode diketahui bahwa ketiga sampel telah memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan bahwa tepung terigu merupakan salah satu bahan makanan yang difortifikasi zat besi (Fe) dengan kadar minimum Fe dalam tepung terigu adalah 50 ppm (SNI, 2006).

Perbedaan konsentrasi Fe yang diperoleh disebabkan oleh perbedaan metode destruksi. Hasil uji ANOVA pada tingkat kepercayaan  $\alpha_{0.05}$  menunjukkan bahwa kadar Fe yang diperoleh antara metode destruksi basah dan metode destruksi kering berbeda secara signifikan.

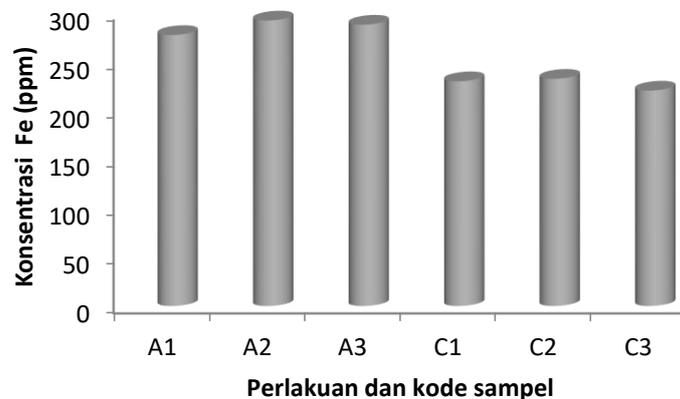
Uji Jarak Berganda Duncan diketahui bahwa perlakuan destruksi kering pada sampel 3 dan 1 berbeda nyata dengan sampel 2 dan perlakuan destruksi basah pada sampel 1 dan 3 berbeda nyata dengan sampel 2, sedangkan perlakuan destruksi kering pada sampel 2 tidak berbeda nyata dengan destruksi basah pada sampel 2 pada taraf kepercayaan 0,05.

Perbedaan konsentrasi Fe antara metode destruksi basah dan metode destruksi kering disebabkan karena pada destruksi kering sampel diabukan terlebih dulu, dimana telah bebas dari bahan-bahan organik dan yang tertinggal hanya zat anorganik (mineral) sehingga  $\text{HNO}_3$  dapat mendestruksi zat anorganik dengan sempurna. Sedangkan pada destruksi basah, sampel ditambahkan zat pengoksidasi dalam hal ini  $\text{HNO}_3$  kemudian dipanaskan, didinginkan lalu diencerkan dalam labu 50 mL sambil disaring kemudian diukur absorbansinya dengan SSA. Hasil pengukuran menunjukkan bahwa serapan yang diberikan lebih kecil, dibandingkan dengan absorbansi metode destruksi kering. Hal ini disebabkan  $\text{HNO}_3$  pada destruksi basah tidak mampu mengoksidasi sampel dengan sempurna.

Hasil ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Nuraini (2011), dalam penentuan logam Pb dalam sosis dengan metode destruksi basah bahwa serapan yang lebih baik diberikan oleh sampel yang didestruksi dengan zat pengoksidasi yang dikombinasikan antara  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  dengan perbandingan (6:2:1) bila dibandingkan dengan menggunakan  $\text{HNO}_3$  sebagai pengoksidasi. Hal ini dikarenakan zat pengoksidasi ini ( $\text{HNO}_3$ ) kurang kuat dalam memutuskan ikatan antara senyawa organik dengan logam besi (Fe).

Suatu metode dikatakan teliti apabila hasil pengukuran yang diperoleh dari serangkaian penetapan penyebarannya kecil. Ukuran penyebaran ini berupa kisaran dan simpangan baku. Semakin kecil kisarannya, maka semakin teliti pula metode tersebut (Nur dan Adjuwana, 1989). Selain itu, ketelitian juga dapat dilihat berdasarkan nilai % RSD. Ketelitian yang baik harus memenuhi ketentuan % RSD yang dapat diterima untuk jumlah analit antara 10-100 $\mu\text{g/g}$  yaitu tidak lebih dari 7%. Oleh karena itu, berdasarkan ketentuan % *Relative Standard Deviation (RSD)*, kedua metode memiliki ketelitian yang berbeda. Dimana % RSD yang diperoleh untuk metode destruksi kering 0,2098 % dan destruksi basah 0,7335 %. Ketepatan suatu metode ditunjukkan oleh nilai persentase perolehan kembali (% *Recovery*). Kisaran syarat persentase perolehan kembali yang diterima yaitu 80 - 120% (Wood dkk., 1998). Persentase perolehan kembali yang diperoleh untuk destruksi kering 98,74 % dan untuk destruksi basah 80,22 %. Hal ini sesuai dengan hasil konsentrasi Fe yang diperoleh pada metode destruksi basah dan kering spike. Dimana rerata konsentrasi Fe

metode destruksi kering spike lebih besar bila dibandingkan dengan rerata konsentrasi Fe metode destruksi basah spike.



**Gambar 6.** Konsentrasi Fe pada tepung terigu metode spike

Terlihat bahwa rerata konsentrasi Fe metode destruksi basah spike berbeda nyata dengan metode destruksi kering spike. Hasil uji Analisa Sidik Ragam (ANOVA) pada tingkat kepercayaan 95% menunjukkan bahwa kadar Fe antar perlakuan metode destruksi basah spike (D) dengan perlakuan metode destruksi kering spike (B) berbeda secara signifikan. Hal ini sesuai dengan *recovery* yang diperoleh antara metode destruksi basah dengan metode destruksi kering. Berdasarkan pada hasil penetapan ketelitian dan ketepatan pada kedua metode tersebut, maka metode destruksi kering lebih baik bila dibandingkan dengan metode destruksi basah pada penetapan kadar Fe dalam tepung terigu dengan menggunakan  $\text{HNO}_3$  sebagai zat pengoksidasi.

Keuntungan menggunakan destruksi kering, yaitu aman, prosedur paling umum digunakan, sederhana, dan pada umumnya tidak memerlukan pereaksi. Kekurangan destruksi kering yaitu memerlukan waktu yang cukup lama, dan penggunaan tanur yang memakan banyak biaya karena harus dinyalakan terus-menerus yang mengakibatkan tingginya biaya listrik. Sedangkan keuntungan menggunakan destruksi basah, yaitu menggunakan suhu yang lebih rendah dibandingkan dengan destruksi kering, proses oksidasi yang lebih cepat yang menyebabkan waktu yang dibutuhkan lebih cepat dari destruksi kering. Namun, penggunaan metode destruksi basah penuh resiko karena menggunakan asam pengoksidasi pekat yang berbahaya.

## KESIMPULAN

1. Hasil uji ANOVA pada tingkat kepercayaan 95% menunjukkan perbedaan yang signifikan antara metode destruksi kering dan destruksi basah.

2. Konsentrasi Fe pada ketiga jenis sampel untuk metode destruksi kering secara berurut adalah 77,33 ppm; 71,40 ppm; 78,15 ppm dan untuk metode destruksi basah yaitu 76,23 ppm; 70,75 ppm; 75,77 ppm, serta memenuhi baku mutu yaitu minimal 50 ppm.
3. Pada analisis konsentrasi Fe, metode destruksi kering lebih baik daripada metode destruksi basah, dimana nilai *RSD* yang diperoleh 0,2098% dan *recovery* 98,74% untuk metode destruksi kering sedangkan metode destruksi basah *RSD* yang di peroleh 0,7335% dan *recovery* 80,22%.
4. Berdasarkan hasil penelitian maka kadar air yang diperoleh untuk ketiga sampel, yaitu 12,51%; 12,05% dan 12,46%. Kadar abu untuk ketiga sampel adalah 0,55%; 0,54%; 0,55% dan kadar protein yang diperoleh adalah 7,59%; 7,14% dan 9,11% .

#### DAFTAR PUSTAKA

1. Achmad H., 2001. *Kimia Unsur dan Radio Kimia*, PT Citra Aditya Bakti, Bandung.
2. Anderson R., 1991. *Sample Pretreatment and Separation* , John Wiley and sons, Thanes Polytechnic, London.
3. Anonim, 1979. Farmakope Indonesia. Edisi III. Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
4. Apriyanto, Fardiaz, Puspitasari, Sedarnawati dan Budiyanto. S., 1989. *Analisis Pangan*, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan direktorat Jendral Pendidikan Tinggi Pusat antar Universitas, IPB.
5. Basset,J., Denney, RC., Jeffrey, G.H, dan Merdham, J., 1994. *Buku Ajar Vogel Kimia Analisis Kuantitatif Anorganik*, Terjemahan Hadyana Pujaatmaka. ke-4. Jakarta: EGC Kedokteran.
6. Christian, G.D., 1994. *Analytical Chemistry*, Fifth edition, John Wiley and Sons, New York.
7. Danik, 2009. *Substitusi Tepung Terigu Dengan Tepung Kecambah Dalam Pembuatan Cookies*. IPB-Press.Bogor
8. Darmono, 1995. *Logam Dalam Sistem Biologi Makhluk Hidup*. UI Press. Jakarta
9. Day R.A., dan Underwood A.L., 1985. *Analisa Kimia Kuantitatif*. Edisi ke-4. Erlangga.Jakarta
10. Elmer, P., 1882. *Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry*, no. 0303-0152, Norwalk, Connecticut, USA.
11. Gaman P.M.- K.B. dan Sherington, 1994. *Ilmu Pangan, Pengantar Ilmu Pangan, Nutrisi dan Mikrobiologi*, Edisi kedua.Penerbit Gajah Mada University Press .Yogyakarta
12. Gandjar G. dan Rohman A., 2007. *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
13. Khopkar,S.M., 2002. *Konsep Dasar Kimia Analitik*, Terjemahan Saptoraharjo.UI Press. Jakarta
14. Komari, Murdiana A, Affandi E., 1994. *Ketersediaan Biologis Mikrokapsul Zat Besi Untuk Fortifikasi Ganda*. Penelitian Gizi Dan Makanan. Vol. 18
15. Lee, K., 1980. *Chemical Changes of Iron in Food and Drying Processe*, Journal Food Science, no. 45, halaman 711-715.

16. Maria, 2009. *Penentuan Kadar Logam Besi (Fe) dalam Tepung Gandum dengan Cara Destruksi Basah dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom Sesuai (SNI) 01-3751-2006*, Skripsi. Jurusan Kimia FMIPA USU, Medan
17. Mulja dan Suharman., 1995. *Analisis Instrumental*, Airlangga University Press. Surabaya
18. Nur M.A dan Adijuwana. H.,1989. *Teknik Spektroskopi dalam Analisis Biologis*.PAU Ilmu Hayati IPB, Bogor
19. Nuraini T., 2011. *Metode Penentuan Kadar Logam Timbal (Pb) Dalam Sosis Kaleng Menggunakan Destruksi Basah Dengan Variasi Zat Pengoksidasi Secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)*, Skripsi. Jurusan Kimia FST UIN. Maulana Malik Ibrahim, Malang
20. Palupi I., 2001. *Penentuan Kadar Besi Dalam Produk Susu Bubuk Dengan Metode Spektrofotometri Serapan Atom*, Skripsi, Jurusan Kimia FMIPA ITS, Surabaya.
21. Sediaoetama, A. D., 2000. *Ilmu Gizi Untuk Mahasiswa Dan Profesi Jilid I*, Dian Rakyat, Jakarta
22. Sumardi, 1987. *Destruksi Contoh dengan Menggunakan Metode Kombinasi*, no. 4 tahun 11, Puslitbang Kimia Terapan, LIPI, Bandung
23. Tejazari, 2005. *Nilai Gizi Pangan*, Graha Ilmu. Yogyakarta
24. Walsh, A., 1995. *The Application of Atomic Spektra to Chemical Analysis. Spectrochimica Acta*
25. Widowati Wahyu, Dr., 2008. *Efek Toksik Logam*, Andi Offset. Edisi I. Yogyakarta
26. Winarno F.G., 2004. *Kimia Pangan Dan Gizi*, PT. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta
27. Wood R.A., Nilson, Wallin H., 1998. *Quality in The Food Analysis Laboratory*. Cambridge : Thomas Graham House Science Park.

## **METODE PENELITIAN**

### **Alat Dan Bahan**

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah spektrofotometer serapan atom (Shimadzu AA-6800) terkalibrasi dengan lampu katoda Fe, neraca analitik (Shimadzu), pipet volum (Iwaki) 1 mL, 2 mL, 5 mL, 10 mL , buret (Duran) dengan ketelitian 0,02 mL, labu ukur 50 mL (Pyrex), oven (Memmert), tanur (Thermolyne), alat destilasi (Buchi distillation unit K-355), alat destruksi protein (Buchi digestion unit K-424), penangas air (Memmert).Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tepung terigu merek Gatot kaca, Lencana Merah dan Kompas, larutan standar Fe 1000 ppm (E-Merck), HNO<sub>3</sub> pekat (E-Merck)

### **Prosedur Kerja**

#### **Rancangan Penelitian**

Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL), dengan 4 (empat) perlakuan, ulangan 3 kali dan 3 merek sampel sehingga diperoleh 36 unit percobaan. Adapun perlakuan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

- A : Metode destruksi kering
- B : Metode destruksi kering yang di spike
- C : Metode destruksi basah
- D : Metode destruksi basah yang di spike

Pengacakan dan Denah percobaan perlakuan pada setiap unit percobaan dilakukan secara acak menggunakan Metode Cotne (angka acak). Hasil pengacakan dan denah percobaan disajikan pada Tabel 6.

**Tabel 1.** Denah pengacakan

A11	A23	A22	B11
A21	A12	A13	B12
B13	A32	A31	A33
B21	B33	B32	C21
B31	B22	B23	C22
C23	C12	C11	C13
C31	D13	D12	D31
D11	C32	C33	D32
D33	D22	D21	D23

Keterangan :

- 1 : Tepung terigu merek Gatot Kaca
- 2 : Tepung terigu merek Lencana Merah
- 3 : Tepung terigu merek Kompas

#### **Analisis Data**

Analisis data dilakukan dengan menggunakan Sidik Ragam (ANOVA) untuk mengetahui perlakuan yang terbaik dan dilanjutkan dengan Uji jarak berganda Duncan untuk mengetahui perbedaan antara merek.

#### **Penetapan Kadar Air**

Dimbang 2 gr sampel yang telah dihomogenkan pada sebuah botol timbang yang sudah diketahui bobot tetapnya kemudian dikeringkan pada oven dengan suhu 105 °C selama 3 jam. Dinginkan dalam desikator selama 15 menit, lalu ditimbang. Diulangi pemanasan hingga diperoleh bobot tetap

Perhitungan :

$$\text{Kadar air} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \%$$

Keterangan :

$W_1$  = Bobot cuplikan sebelum dikeringkan (gr)

$W_2$  = Bobot cuplikan setelah dikeringkan (gr)

Persyaratan : Maksimum 14,5 % (SNI 01-3751-2006)

#### **Penetapan Kadar Abu**

Ditimbang 2-3 gr sampel ke dalam cawan porselin yang telah diketahui bobot tetapnya (untuk sampel yang berupa cairan, uapkan di atas penangas air sampai kering). Diarangkan di atas kompor listrik, lalu diabukan dalam tanur pada suhu 550 °C sampai pengabuan sempurna, kemudian didinginkan dalam desikator lalu timbang sampai bobot tetap.

Perhitungan :

$$\text{Kadar abu} = \frac{W_1}{W_2} \times 100 \%$$

Keterangan :

$W_1$  : Bobot sampel setelah menjadi abu (gr)

$W_2$  : Bobot sampel sebelum pengabuan (gr)

Persyaratan : Maksimal 0,6 % (SNI 01-3751-2006)

### Penetapan Kadar Protein

Ditimbang 0,5 – 1 gram sampel, dimasukkan ke dalam labu destruksi (alat buchi). Ditambahkan 2 gr katalis selenium, 25 mL  $H_2SO_4$  pekat dan batu didih. Dilakukan destruksi sampai larutan menjadi jernih kehijau-hijauan. Dibiarkan larutan sampai dingin, kemudian diencerkan dengan akuades dalam labu 100 mL. Dipipet 5 mL larutan, dimasukkan ke dalam alat penyuling (*distillation unit*), lalu ditambahkan 5 mL NaOH 30% dan beberapa tetes indikator PP 0,1%. Disuling selama 3 menit dengan steam 95%, sebagai penampung digunakan 10 mL larutan  $H_3BO_3$  2% dan 6 tetes indikator campuran lalu dititrasi dengan HCl 0,01 N dan dilakukan penetapan blanko.

Perhitungan :

$$\text{Kadar protein} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 14.008 \times 5.7 \times fp \times 100 \%}{W}$$

Keterangan :

$V_1$  : Volume HCl 0,01 N untuk titrasi contoh (mL)

$V_2$  : Volume HCl 0,01 N untuk titrasi blanko (mL)

N : Normalitas HCl

W : Berat contoh (mg)

14.008 : Bobot atom nitrogen

5.7 : Faktor protein untuk tepung terigu

fp : Faktor pengenceran

Persyaratan : Minimum 7.0 % (SNI 01-3751-2006)

### Destruksi kering

Ditimbang sampel sebanyak 2 gr dalam cawan porselin, kemudian diarangkan di atas kompor listrik atau nyala api kecil, kemudian diabukan dalam tanur listrik pada suhu ( $550 \pm 10$ ) ° C sampai putih atau abu-abu. Dilarutkan abu dengan 10 mL  $HNO_3$  1 N (panaskan di atas penangas listrik hingga abu larut sempurna). Diencerkan larutan sampel dengan akuades dalam labu ukur 50 mL, dibilas cawan hingga bersih, kemudian ditepatkan hingga garis tanda dan dikocok. Dibuat larutan blanko dengan penambahan pereaksi seperti contoh. Dibaca absorben masing-masing larutan baku kerja Fe, larutan contoh dan blanko dengan alat SSA

pada  $\lambda$  248,3 nm. Dilakukan perlakuan sebanyak 3 kali. Dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu y sebagai absorben dan sumbu x sebagai konsentrasi (mg/L). Diplot hasil pembacaan contoh pada kurva kalibrasi lalu di hitung kandungan Fe dalam contoh.

#### **Destruksi basah**

Ditimbang contoh sebanyak 2 gr dalam tabung reaksi dan ditambahkan 10 mL HNO<sub>3</sub> pekat (65%, Bj 1,4). Dipanaskan dalam penangas air pada suhu 100 °C selama 1 jam kemudian dinginkan. Larutan sampel dipindahkan ke dalam labu ukur 50 mL sambil disaring, kemudian ditepatkan hingga garis tanda dan dikocok. Dibuat larutan blangko dengan penambahan pereaksi seperti contoh. Dibaca absorben masing-masing larutan baku kerja Fe, larutan contoh dan blangko dengan alat SSA pada  $\lambda$  248,3 nm. Dilakukan perlakuan sebanyak 3 kali, kemudian dibuat kurva kalibrasi dengan sumbu y sebagai absorben dan sumbu x sebagai konsentrasi (mg/L). Diplot hasil pembacaan contoh pada kurva kalibrasi lalu dihitung kandungan Fe dalam contoh.

#### **Prosedur Spike**

##### **Destruksi kering spike**

Pada destruksi kering spike, perlakuan sama seperti prosedur destruksi kering, yang membedakannya setelah sampel ditimbang sebanyak 2 gr dalam cawan porselin. Dimasukkan 5 mL larutan Fe 100 ppm kemudian dilakukan perlakuan yang sama seperti prosedur destruksi kering.

##### **Destruksi Basah Spike**

Pada metode destruksi spike, setelah sampel timbang sebanyak 2 gr dalam tabung reaksi kemudian ditambahkan 5 mL larutan Fe 100 ppm. Ditambahkan 10 mL HNO<sub>3</sub> pekat (65%, Bj 1,4) lalu dilakukan perlakuan yang sama seperti prosedur destruksi basah.