

**ANALISIS MINERAL MAKRO Besi (Fe) DAN Kalsium (Ca) PADA
KALE(*Brassica oleracea var. acephala*) DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

Laporan Tugas Akhir

Salza Billah Soekasa Al-Qadri

11171149



Universitas Bhakti Kencana

Fakultas Farmasi

Program Strata I Farmasi

Bandung

2021

ABSTRAK

**ANALISIS MINERAL MAKRO Besi (Fe) DAN Kalsium (Ca) PADA
KALE(*Brassica oleracea var. acephala*) DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

Oleh :

**Salza Billah Soekasa Al-Qadri
11171149**

Kale merupakan (*Brassica oleracea var. Acephala*) termasuk salah satu tanaman sayuran segar yang dapat dikonsumsi segar atau dimasak dan banyak dikonsumsi masyarakat karena mengandung mineral yang diperlukan oleh tubuh manusia, seperti kalsium dan zat besi. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kandungan kalsium dan logam besi pada sayuran kale segar. Sayur kale ini berasal dari supermarket di Bandung. Penentuan kandungan mineral dilakukan dengan spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang 422,7 nm untuk kalsium dan pada 248,3 nm untuk besi. Validasi meliputi batas deteksi dan batas kuantifikasi, linearitas, akurasi, dan presisi serta analisis zat besi dan kalsium dalam kale. Hasil penelitian meliputi, batas deteksi 0.1978 ug/g untuk kalsium dan 0.1364 ug/g untuk besi, batas kuantifikasi 0.6593 ug/g untuk kalsium dan 0.4549 untuk besi, nilai linearitas (r) 0.9987 untuk kalsium dan 0.9975 untuk besi sedangkan rata-rata % recovery untuk besi 0.5 ppm 119,07 % , 1 ppm 94,6862 % dan 1,5 ppm 89,8771 % dan 1 ppm 110,581 % , 2 ppm 89,8965 % dan 3 ppm 85,1232 % untuk kalsium , nilai KV 1,2319% untuk kalsium dan 0,8185% untuk besi , Analisis kadar menggunakan spektrofotometri serapan atom menunjukkan adanya kadar mineral besi dan kalsium dalam sayur kale Dari persamaan garis linear tersebut diperoleh kadar besi dalam daun kale dengan tiga kali pengulangan dan rata rata kadar untuk kandungan besi dan kalsium dalam daun kale yaitu 18,2436 ug/g untuk besi dan untuk kalsium 15,4466 ug/g. Hasil ini dapat digolongkan dalam kategori teliti dan dapat disimpulkan bahwa metode destruksi ini dapat dipercaya atau lebih valid untuk analisis Fe dan Ca dalam tanaman Kale dengan SSA.

Kata Kunci : Kale (*Brassica oleracea var. Acephala*) ; besi ; kalsium ; spektrofotometri Serapan Atom.

ABSTRACT

**ANALISIS MINERAL MAKRO Besi (Fe) DAN Kalsium (Ca) PADA
KALE(*Brassica oleracea var. acephala*) DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

By:

Salza Billah Soekasa Al-Qadri
11171149

Kale (*Brassica oleracea var. Acephala*) is one of the fresh vegetable plants that can be consumed fresh or cooked and is widely consumed by the public because it contains minerals needed by the human body, such as calcium and iron. The purpose of this study was to determine the content of calcium and iron in fresh kale vegetables. This kale vegetable comes from a supermarket in Bandung. The determination of mineral content was carried out by atomic absorption spectrophotometry at a wavelength of 422.7 nm for calcium and at 248.3 nm for iron. Validation includes linear determination, limit of detection and limit of quantification, accuracy, and precision as well as analysis of iron and calcium in kale. The results include linearity (r) values of 0.9987 for calcium and 0.9975 for iron, detection limits of 0.1978 ug/g for calcium and 0.1364 ug/g for iron, the quantitation limit is 0.6593 ug/g for calcium and 0.4549 for iron, while the average % recovery for iron is 0.5 ppm 119.07%, 1 ppm 94.6862 % and 1.5 ppm 89.8771 % and 1 ppm 110.581 % , 2 ppm 89.8965 % and 3 ppm 85.1232 % for calcium , KV value 1.2319% for calcium and 0.8185% for iron . Analysis of levels using atomic absorption spectrophotometry showed the presence of iron and calcium mineral levels in kale From the linear equation, the iron content in kale leaves is obtained with three repetitions and the average levels for iron and calcium content in kale leaves are 18.2436 ug/g for iron and 15.4466 ug/g for calcium. These results can be classified in the rigorous category and it can be concluded that this destruction method is reliable or more valid for the analysis of Fe and Ca in Kale plants with AAS.

Keywords: Kale (*Brassica oleracea var. Acephala*); iron ; calcium; Atomic Absorption Spectrophotometry.

LEMBAR PENGESAHAN

**ANALISIS MINERAL MAKRO Besi (Fe) DAN Kalsium (Ca) PADA
KALE(*Brassica oleracea var. acephala*) DENGAN METODE
SPEKTROFOTOMETRI SERAPAN ATOM**

Laporan Tugas Akhir

Diajukan untuk memenuhi persyaratan kelulusan Sarjana Farmasi

Salza Billah Soekasa

11171149

Bandung, 2021

Menyetujui,

Pembimbing Utama,

Pembimbing Serta,



(Emma Emawati, M.Si)

NIDN. 0416037005



(apt. Winasih Rachmawati., M.Si)

NIDN. 0412097702

PRAKATA (KATA PENGANTAR)

Alhamdulillahirobbil 'alamin, Puji serta syukur kehadirat Allah SWT atas segala rahmat dan Inayah-Nya atas selasainya skripsi penulis yang berjudul **“Analisis Mineral Makro Besi (Fe) dan Kalsium (Ca) pada Kale (Brassica oleracea var.acephala) dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom ”**. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat kelulusan sarjana farmasi (S1) Fakultas Farmasi Universitas Bhakti Kencana.

Dalam proses penyusunan skripsi ini tak lepas dari bantuan oleh berbagai pihak, oleh karena itu penulis ingin menghaturkan terimakasih kepada:

1. Ibu Emma Emawati, M.Si selaku Dosen Pembimbing Utama dan Ibu apt.Winasih Rachmawati.,M.Si selaku Dosen Pembimbing Serta yang dengan penuh kesabaran memberikan bimbingan, dorongan, perhatian dan saran kepada penulis selama penyusunan skripsi ini.
2. Bapak/ibu dosen penguji
3. Bapak, Ibu, Adik, dan Keluarga besar yang telah memberikan perhatian, kasih sayang, tenaga, pikiran, do'a, serta semangat yang luar biasa.
4. Teman-teman seperjuangan penelitian di laboratorium Analisis Farmasi yang selalu membantu dan memberi semangat untuk menyelesaikan skripsi ini.
5. Teman-teman Explosive (Farmasi angkatan 2017) dan semua pihak yang terlibat baik secara langsung maupun tidak langsung membantu dan memberikan dukungan dalam penyelesaian skripsi ini.

Demi kesempurnaannya skripsi ini maka peneluis terbuka untuk menerima saran ataupun kritik dari pembaca agar skripsi ini lebih menjadi lebih baik lagi. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pembaca. Aamiin .

Bandung, Juni 2021

Penulis

DAFTAR ISI

ABSTRAK	0
ABSTRACT	1
LEMBAR PENGESAHAN.....	2
PRAKATA (KATA PENGANTAR)	3
DAFTAR ISI	iii
DAFTAR GAMBAR DAN ILUSTRASI.....	v
DAFTAR TABEL.....	vi
DAFTAR LAMPIRAN	vii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar belakang.....	1
1.2. Rumusan masalah.....	2
1.3. Tujuan dan manfaat penelitian.....	2
1.3.1. Tujuan Umum.....	2
1.3.2. Manfaat Penelitian.....	2
1.4. Hipotesis penelitian	3
1.5. Tempat dan waktu Penelitian	3
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Kale.....	4
2.1.1 Deskripsi Morfologi	4
2.1.2 Taksonomi.....	5
2.1.3 Morfologi	5
2.1.4 Varietas Tanaman	6
2.2 Mineral Makro dan Mikro.....	7
2.3 Spektrofotometri serapan atom.....	8
2.3.1 Sistem Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom	9
2.3.2 Instrumen Spektrofotometer serapan atom	10
2.3.3 Bahan bakar dan bahan pengoksidasi.....	12
2.3.4 Penyiapan Sampel.....	13
2.3.5 Gangguan-gangguan pada spektrofotometri serapan atom Gangguan- gangguan pada spektrofotometri serapan atom.....	13
2.4 Validasi Metode	14

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN 16

BAB 4. PROSEDUR PENELITIAN..... 18

 4.1 Alat 18

 4.2 Bahan 18

 4.3 Prosedur Penelitian 18

 4.3 .1 Determinasi 18

 4.3.2.1 persiapan sampel 18

 4.3.2.2 Preparasi Sampel 18

 4.3.3 Pembuatan Larutan Standar 18

 4.3.3.2 Kalsium 19

 4.3.4 Pembuatan Kurva Kalibrasi 19

 4.3.4.1 Besi 19

 4.3.4.2 Kalsium 19

BAB 5. HASIL DAN PEMBAHASAN 22

 6.1 Kesimpulan 30

DAFTAR PUSTAKA 30

LAMPIRAN 34

DAFTAR GAMBAR DAN ILUSTRASI

Gambar 2.1 Tanaman kale dan daun kale 5

Gambar 2.2 Kale ungu dan kale hijau 6

Gambar 2.3 Diagram skematik spektrofotometri serapan atom 10

Gambar 2.4 Lampu katoda berongga 10

Gambar 2.5 Tungku Massman.....12

Gambar 5.1 Kurva Kalibrasi Besi.....24

Gambar 5.2 Kurva Klibrasi Kalsium.....25

DAFTAR TABEL

Tabel II.1 Varietas kale	6
Tabel II.2 Panjang gelombang serapan maksimum berbagai atom logam	9
Tabel II.3 Temperatur maksimum berbagai nyala	13
Tabel II.4 Rentang persen perolehan kembali yang di izinkan pada setiap konsentrasi analit pada sampel	Error! Bookmark not defined. 6
Tabel V.1 Konsentrasi larutan standar besi dengan serapannya.....	23
Tabel V.2 Konsentrasi larutan standar kalsium dengan serapannya.....	24
Tabel V.3 Parameter linearitas besi.....	25
Tabel V.4 Parameter linearitas kalsium.....	25
Tabel V.5 Hasil penentuan KV besi.....	26
Tabel V.6 Hasil penentuan KV kalsium.....	26
Tabel V.7 Hasil akurasi besi.....	27
Tabel V.8 Hasil akurasi kalsium.....	27
Tabel V.9 Hasil pengukuran absorban dan penentuan kadar besi dalam daun kale dengan menggunakan persamaan regresi.....	28
Tabel V.10 Hasil pengukuran absorban dan penentuan kadar kalsium dalam daun kale dengan menggunakan persamaan regresi.....	29

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1: Format Surat Pernyataan Bebas Plagiasi 34

Lampiran 2: Format Surat Persetujuan untuk dipublikasikan di media online 35

Lampiran 3: Surat determinasi tanaman kale 36

Lampiran 4: Perhitungan penimbangan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dan CaCO_3 38

Lampiran 5: Perhitungan pengenceran asam nitrat 0,5 N..... 40

Lampiran 6: Perhitungan Pembuatan Kurva Kalibrasi Besi dan Kalsium.....39

Lampiran 7 : Perhitungan Kalibrasi Besi dan Kalsium.....41

Lampiran 8 : Perhitungan Batas Deteksi dan Batas Kuantitasi Besi dan Kalsium.....42

Lampiran 9 : Perhitungan presisi.....44

Lampiran 10 : Perhitungan akurasi.....45

Lampiran 11: Perhitungan kadar dalam tanaman Kale.....46

Lampiran 12: Dokumentasi penelitian.....48

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar belakang

Indonesia kaya sekali akan berbagai spesies sayuran seperti umbi-umbian, buah-buahan, bunga atau daun. Sayuran banyak digunakan karena termasuk sumber mineral, serat, vitamin yang dibutuhkan bagi tubuh manusia. Kale termasuk sayuran yang paling sering dicari, kale ini habitat asalnya di china lalu mulai tersebar di indonesia pada abad ke -17 (Annisava, 2013).

KALE(*Brassica oleracea var. acephala*) termasuk sayuran yang kaya akan nutrisi. Kale tergolong pada famili Brassicaceae seperti Brokoli, brussels sprouts, kubis, dan kembang kol yang banyak di gunakan di indonesia karena memiliki nilai gizi dan nilai komersial sebagai sumber esensial. Selain itu, tanaman Kale juga mengandung beberapa mineral yang berperan penting dalam kesehatan tubuh (Yoldas *et al.* , 2008). Sayuran dapat di konsumsi segar ataupun di masak , apabila sayur kale di masak maka sulforaphane yang terkandung dalam kale biasanya bisa berkurang, kale lebih cocok di jus dan dibikin makanan diet .

Kale juga mengandung mineral yang berepran aktif untuk menjaga keshatan tubuh, baik kesehatan organ dalam pada tubuh seperti sel, jaringan, organ, ataupun kesehatan seluruh tubuh. Mineral dibagi menjadi mineral makro dan mikro. Mineral makro yaitu mineral yang diperlukan oleh tubuh manusia > 100 mg per hari, contoh mineral makro adalah natrium, klorin, kalium, kalsium, fosfor, magnesium, dan belerang. Disamping itu mineral mikro hanya membutuhkan < 100 mg per hari. Mineral mikro termasuk besi, seng, yodium, tembaga, mangan, kromium, selenium, molibdenum, flour, serta kobalt. Meskipun mineral sangat rendah pada tubuh akan tetapi penting sekali bagi kita, bagi kesehatan serta reproduksi kita. (Almatsier, 2003).

Kalsium (Ca) yang terkandung dalam tanaman kale diperlukan untuk fungsi tubuh (Gobinathan *et al.*, 2009). Menurut Pangan & Gizi Widyakarya Lipi (1998), rata-rata kebutuhan *ca* harian orang indonesia adalah 300-400 mg untuk bayi, 500 mg untuk anak-anak, 600-700 mg untuk remaja, 500-800 mg untuk dewasa, 900 untuk hamil dan menyusui, 1200 mg untuk ibu (Almatsier, 2001). Kalsium berperan untuk pmembentuk tulang dan gigi, pembekuan darah, dan menjaga otot dan saraf dalam tubuh agar tetap berfungsi dengan baik. (Gaman & Sherrington, 1994). Kalsium adalah mineral terbanyak pada tubuh manusia, terhitung sekitar 1,5-2 % dari BB orang dewasa atau kurang lebih 1 kg. 99% diantaranya terdapat pada jaringan keras yakni tulang & gigi (Almatsier, 2003). Kekurangan kalsium (Ca) pada makanan nabati dapat berdampak buruk bagi kesehatan, seperti menyebabkan kelainan metabolisme terutama pada masa kanak-kanak, menimbulkan kelainan/ hambatan proses berkembangnya tubuh misalnya tulang lemah, rentan bengkok, bahkan rapuh. Pada usia 50 tahun ke atas, tulang nya kekurangan kalsium sampai hilangnya kalsium pada tulang dan menjadi lemas serta rentan patah, hal ini dinamakan dengan osteoporosis (Fitriani, 2012). Efek buruk lainnya adalah ketika kadar kalsium darah sangat rendah, bisa menimbulkan kejang di tangan dan kaki. Adapun asupan kalsium (Ca) yang berlebih dari tumbuh-tumbuhan selain menyebabkan konstipasi (sulit buang air besar) juga berdampak buruk bagi kesehatan yaitu menyebabkan batu ginjal atau penyakit ginjal. Saat menggunakan tablet atau bentuk suplemen kalsium lainnya, kelebihan kalsium dapat terjadi (Almatsier, 2003). Asupan kalsium harian tidak boleh melebihi 2.500 mg.

Besi (Fe) termasuk mineral mikro terbanyak pada manusia dan hewan, dan kandungannya pada orang dewasa mencapai 3-5 gram pada orang dewasa. Zat besi memiliki banyak fungsi dasar pada organ manusia, yaitu berperan menjadi pengangkut oksigen pada paru-paru menuju jaringan tubuh, sebagai transpor elektron dalam sel, serta sebagai komponen beragam reaksi enzim pada jaringan tubuh (Almatsier, 2003). Zat besi mempunyai peranan yang diperlukan pada bermacam-macam reaksi biokimia, termasuk pada produksi sel darah merah yang mempunyai peranan membawa oksigen pada jaringan/ sel (King, 2006). Kekurangan zat besi bisa menimbulkan anemia yakni cirinya kelelahan dan kulit wajah memutih keputihan serta konstipasi (Andarwulan et al., 2011). Menurut Widyakarya Pangan, Lipi (1998), angka kecukupan zat besi adalah 3-5 mg untuk bayi, 8-9 mg untuk balita, 10 mg untuk anak sekolah, 14-17 mg untuk remaja laki-laki, 14-26 mg untuk remaja putri, ibu hamil dan menyusui 20-11 mg, 13 mg untuk pria dewasa, 14-26 mg untuk wanita dewasa. (Almatsier, 2001). Besi memiliki peran sebagai unsur pembentukan hemoglobin (pigmen merah yang ada pada sel darah merah) yang berperan pada aktivitas transfer oksigen pada paru-paru keseluruhan jaringan tubuh (Gaman & Sherrington, 1994). Kekurangan zat besi bisa menghambat penyerapan zat besi pada saluran pencernaan, maka semakin mengurangi aktivitas fisik (Arifin, 2008) menimbulkan pucat, lemas, letih, pusing kehilangan nafsu makan, penurunan kebugaran fisik, penurunan efektifitas bekerja, penurunan kekebalan dan penyembuhan kerusakan luka, selain demikian ketangkasan untuk mengendalikan suhu badan berkurang. Pada anak-anak kurangnya zat besi pada tubuh dapat menyebabkan sikap cuek/ tidak peduli, lekas marah, penurunan konsentrasi dan kemampuan belajar. Terlalu banyak zat besi tidak baik untuk kesehatan karena dapat menyebabkan muntah, diare, peningkatan denyut jantung, nyeri kepala, delirium, serta pingsan (Almatsier, 2003). Analisis mineral makroskopik besi dan kalsium dapat dilakukan dengan spektrofotometri serapan atom, yang cocok untuk analisis presisi tinggi zat konsentrasi rendah.

1.2. Rumusan masalah

Berapa kandungan kalsium (Ca) dan besi (Fe) pada kale (*Brassica oleracea var. Acephala*) ?

1.3. Tujuan dan manfaat penelitian

1.3.1. Tujuan Umum

Peneliti melakukan penelitian ini tujuannya untuk melihat berapa kandungan mineral makro Besi (Fe) dan Kalsium (Ca) dalam Kale (*Brassica oleracea var. Acephala*) .

1.3.2. Manfaat Penelitian

Bisa menginformasikan berapa kandungan Besi (Fe) dan Kalsium(Ca) yang terdapat didalam tanaman kale (*Brassica oleraceae var.acephala*) dengan metode validasi yang sesuai.

1.4. Hipotesis penelitian

Mengacu pada rumusan masalah yang sudah dijelaskan sebelumnya, maka hipotesis pada penelitian ini adalah ada nya kandungan Kalsium (Ca) dan Besi (Fe) pada Kale (*Brassica oleracea var.Acephala*)

1.5. Tempat dan waktu Penelitian

Penelitian ini dilakakukan di Laboratorium Universitas Bhakti Kencana Bandung, mulai bulan Maret 2021 sampai selesai di Laboratorium Kimia Analisis Farmasi Rumpun Bidang Ilmu Analisis Farmasi dan Kimia Medisinal Fakultas Farmasi dan Laboratorium Sentral Universitas Padjajaran.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kale

2.1.1 Deskripsi Morfologi

Kale (*Brassica oleracea var. Acephala*) yaitu tanaman yang tergolong pada famili kubis-kubisan (Darmawan, 2009) kale merupakan tanaman sayuran yang tumbuh dengan daun lebat, pipih, mengkilat, keras, berwarna hijau dan letaknya berselang-seling (Samadi, 2013). Daun kale banyak mengandung nutrisi dan nutrisi ini dibutuhkan oleh tubuh manusia seperti vitamin A, D, E, K, C, B1, B2, B3, B6, B9, K, Kolin, zat besi, magnesium, mangan, fosfor, dan garam contohnya, K, Na dan Zn. Kandungan vitamin dan antioksidan berperan aktif melawan kanker, dan zat besi dalam kale berperan penting dalam kesehatan. Kale rendah kalori sehingga para pelaku diet memiliki permintaan tinggi untuk itu dan memiliki makronutrien dan mikronutien yang sangat baik dalam metabolisme tubuh (Pracaya, 2005).

Beberapa kandungan senyawa antioksidan berupa quercetin, karoten, dan antosianin bisa meminimalisir timbulnya penyakit jantung dan kanker (Yuan dan Li, 2009). Setiap 100 gram kale mengandung 2,36 karbohidrat, 0,26 lemak, 11,67 protein kasar, 81,38 air, 3,00 serat kasar, 1,33 abu dan energi 58,46 kalori (Emebu dan Anyika, 2011). Kale juga kaya akan vitamin dan mineral dan rendah kalori.

Ada beberapa variasi bentuk daun kale seperti daun kale dan daun kale keriting. Kale berdaun halus biasanya digunakan untuk makanan binatang ternak sedangkan kale daun keriting dimasak (Pracaya, 2005). Daun kale mempunyai berbagai nutrisi yang diperlukan oleh manusia, seperti vitamin A, D, E, K, C, B1, B2, B3, B6, B9, K, Kolin, zat besi, magnesium, mangan, fosfor, dan garam contohnya K, Na, dan Zn. Kale rendah kalori, sehingga pelaku diet memiliki permintaan yang tinggi (Pracaya, 2005).



(a)



(b)

Gambar 2.1 (a) Tanaman Kale (b) Daun kale

(Sumber: willa widiana,2018)

2.1.2 Taksonomi

Tanaman Kale memiliki kedudukan tata nama yang tergolong pada

Divisi : Spermatophyta

Subdivisi : Angiospermae

Kelas : Dicotyledonae

Famili : Cruciferae

Genus : Brassica

Spesies : Brassica oleracea L (Samadi, 2013)

2.1.3 Morfologi

Kale adalah tanaman yang termasuk dalam spesies yang sama dengan kubis. Tetapi memiliki batang yang nyata, tidak keras, beruas-ruas, berdiameter 3-4 cm, berwarna hijau muda dan ungu, dan daun atau tangkai daun pada batang tersusun berselang seling dalam pola spiral ke arah atas tanpa batang cabang (Samadi, 2013). Bedanya kale tidak bisa membentuk tanaman seperti kubis (Pracaya, 2005). Memiliki akar tunggang dan serabut, panjang akar tunggang sampai 40 cm dan akar serabut bisa sampai 25 cm (Samadi, 2013). Oleh karena itu kale cocok di tanam di tempat yang gersang dan juga bagus ditanam di dataran tinggi (Sunarjono, 2004).



(a)

(b)

Gambar 2.2 (a) Kale ungu (b) Kale hijau**(Sumber: willa widiana,2018)**

Batang kale biasanya pendek dan didalamnya terdapat air yang banyak (herbaceous) berdiameter 3-4 cm. Kale memiliki bunga yang mirip dengan brokoli dengan ukuran kepala bunga yang kecil berwarna putih, 6 benang sari pada lingkaran sisi dalam dan sisannya pada lingkaran luar yang terdapat di bagian ujung batang atau tunas (Sunarjono,2004). Buah memiliki bentuk polong, panjang dan ramping. Bentuk biji bulat berukuran mungil warnanya coklat hingga hitam (Atmasari, 2016).

2.1.4 Varietas Tanaman

Di Indonesia, para petani memproduksi beberapa varietas kale. Varietas kale dibedakan berdasarkan beberapa factor, tercantum pada tabel II.I

Tabel II.1 Varietas Kale (Silitonga, 2008 dan Sitompul & B., 1995)

No.	Varietas	Wilayah	Umur Panen	Bentuk
1	Winsa	Pada ketinggian > 700 mspl	25-40 hari	Bentuk daun bulat lonjong,tebal,bergelombang dengan ujung sedikit lancip dan berwarna hijau
2	Full White	Pada suhu 18°C–32°C	40-60 hari	Bentuk daun bergelombang atau keriting oval berwarna hijau tua
3	Yama F1	Pada suhu 18°C–32°C	25-38 hari	Bentuk daun oval dengan ujung sedikit runcing ,warna hijau tua dengan permukaan yang halus.

Kale termasuk sumber inti mineral dan vitamin.mineral dan vitamin yang ada dalam kale dapat dimanfaatkan oleh tubuh untuk menjaga kondisi tulang dan gigi,pembentukan sel darah merah (Hemoglobin) dan menjaga fungsi tubuh agar tetap

sehat. Senyawa fitokimia seperti Karotenoid sebagai senyawa anti kanker. Tiap 100 gram kale yang dimakan terdapat 7540 IU vitamin A, 115 mg vitamin C, dan 62 mg Ca, 2,2 mg Fe (Siemonsma dan Piluek, 1994; Irianto, 2008).

2.2 Mineral Makro dan Mikro

Mineral makro dan mikro terdiri dari mineral esensial. Mineral esensial yaitu mineral yang dibutuhkan makhluk hidup pada proses fisiologis. Mineral makro yaitu mineral yang dibutuhkan oleh manusia yang jumlahnya > 100 mg per harinya contohnya natrium, klor, kalsium, kalium, magnesium, sulfur, dan fosfor sedangkan mineral mikro hanya diperlukan < 100 mg per hari, contohnya besi, mangan, tembaga, iodium, fluor, kobalt dan seng. Akibat dari kurangnya mineral pada tubuh menimbulkan penyakit dan apabila kelebihan dapat menjadi racun bagi tubuh (McDonald, 1988).

Contoh mineral dalam jumlah besar adalah kalsium (Ca). Kalsium (Ca) berperan dalam pembentukan tulang dan transmisi impuls saraf, menjaga fungsi normal otot dan saraf dalam tubuh, pembekuan darah dan aktivasi enzim (lipase pankreas) dan fosfolipase. Diperlukan untuk vitamin B12, hanya 1 % kalsium yang ditemukan dalam cairan ekstraseluler (Tamsuri, 2009). Kebutuhan kalsium terbesar adalah pada masa pertumbuhan dan masih dibutuhkan pada masa dewasa selama pembentukan tulang. Tulang tua dihancurkan dengan mudah. Peran kalsium dalam sirkulasi darah dan jaringan adalah untuk menghantarkan impuls, kontraksi saraf dan otot, pembekuan darah, mengendalikan permeabilitas membran sel dan aktivitas enzim (Gusti Ayu Rai Saputri, 2017). Kalsium banyak terdapat pada sayuran hijau, kacang-kacangan, biji-bijian, dan ikan kering, serta memiliki kandungan tertinggi pada susu dan makanan/ minuman yang terbuat dari susu, contohnya keju, es-krim, dan yogurt (Tamsuri, 2009).

Besi merupakan mineral mikro yang berperan mentransfer oksigen dari paru-paru menuju jaringan tubuh. Kurang lebih 3-5 gram terdapat pada tubuh orang dewasa (Almatsier, 2009) dan pada orang sehat jumlah zat besi yang diserap di dalam makanan yaitu 10-20 mg per harinya. dan sebesar 0,5-1 mg besi diekskresikan lewat feses (Tan dan Rahardja, 2007). Bentuk dari besi dibagi ke dalam bentuk hem dan besi non-hem yang ada dalam makanan. Besi hem berasal dari hemoglobin dan mioglobin yang sering dijumpai pada daging, ikan, dan unggas, sedangkan besi non-hem sering dijumpai pada tumbuhan seperti buah-buahan, sayuran, kacang-kacangan, dan biji-bijian juga dalam telur, susu serta makanan berbahan susu contohnya yoghurt, es-krim. Besi memiliki fungsi intim pada tubuh untuk mentransfer oksigen pada paru-paru menuju jaringan tubuh, alat angkut elektron di dalam sel, dan reaksi enzim

lainnya dalam jaringan dan sel tubuh (Almatsier, 2003). Pada tubuh terjadi reaksi biokimia, yang mana reaksi nya itu memproduksi sel darah merah (hemoglobin) bersamaan dengan protein dan tembaga (King, 2006). Selain itu zat besi juga mengoptimalkan kualitas dan mengoptimalkan ketahanan pada stres dan penyakit serta membentuk formasi mioglobin yang ada di otot. Besi juga berperan melarutkan obat-obatan, obat-obatan tak larut air dan bisa larut dengan enzim yang mempunyai kandungan besi (Almatsier, 2003).

2.3 Spektrofotometri serapan atom

Ulasan mineral besi (Fe) dan kalsium (Ca) menggunakan spektrofotometri serapan atom. Spektrofotometri serapan atom ialah metode analisa kuantitatif unsur yang diukur dan didasarkan pada serapan cahaya dan panjang gelombang tertentu oleh atom logam pada kondisi yang bebas (Skoog et al., 2000). Ini juga merupakan alat analisis yang dapat menentukan konsentrasi suatu unsur dalam sampel sesuai dengan proses serapan sumber radiasi oleh atom pada tingkatan energi dasar, oleh karena itu teknik ini termasuk teknik/ metode yang spesifik dan sensitif.

Konsep dasar spektrofotometri serapan atom ialah serapan sinar/cahaya oleh atom-atom bebas dari unsur tingkat energi (keadaan dasar) paling rendah. Energi terendah suatu atom adalah keadaan semua elektron dalam suatu unsur dengan konfigurasi yang statis/ tetap. Saat atom menyerap cahaya, satu atau lebih elektron tereksitasi ke tingkatan energi yang lebih tinggi. Untuk setiap logam, serapan energi cahaya terjadi pada panjang gelombang tertentu, dan penyerapan sebanding dengan konsentrasi uap atom dalam nyala api (Vandecasteele, 1993; Welz, 2005).

Saat menggunakan spektrofotometri serapan atom untuk mengamati dan mengukur unsur-unsur dalam nyala api yang bercahaya, alat ini dilengkapi dengan pemutus cahaya (Chopper), yang dipasang diantara lampu dan nyala api setelah itu nyala api turun secara berkala. Sinar periodik ini bertepatan dengan cahaya yang dipancarkan dari nyala api ke detektor. Jika detektor disambungkan dengan aplikator listrik dengan frekuensi yang sama dengan interupsi, hanya cahaya dari lampu yang terekam. Unsur yang dilihat dari spektrofotometri serapan atom adalah unsur yang garis resonansinya tercantum dalam tabel II.2 (Sari, 2010).

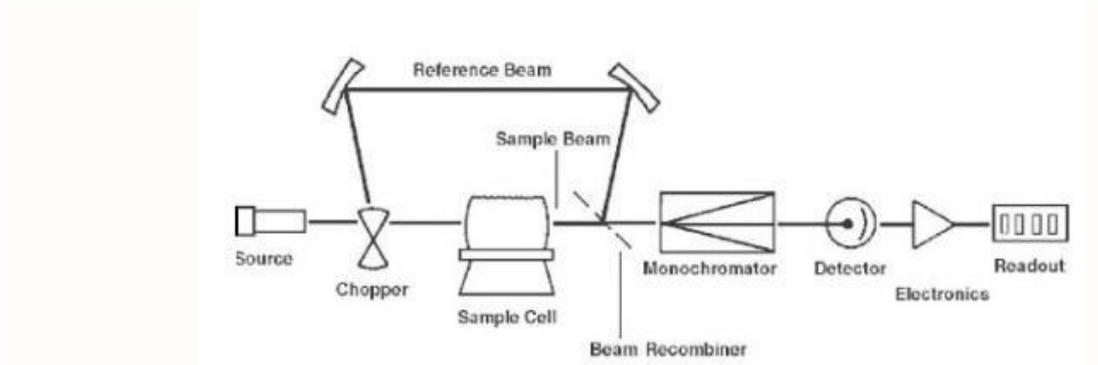
Tabel II.2. Panjang gelombang serapan maksimum berbagai atom logam

(Ewing, 1975)

Atom	Garis Resonansi(nm)
Ag	328.1
Ar	193.7
Au	142.8
B	249.7
Be	234.9
Ca	422.7
Co	240.7
Cr	357.9
Cu	324.7
Fe	248.3
Hg	253.7
Mg	285.2
Na	589.0
Ni	232.0
Pb	283.3
Pt	265.9
Sb	217.5
Se	296.0
Ti	364.6
Tl	276.8
U	351.4
Zn	215.8

2.3.1 Sistem Instrumen Spektrofotometri Serapan Atom

Dalam instrumen spektrofotometri serapan atom, unsur logam dan metaloid yang sesuai ditentukan atas dasar serapan cahaya atom logam dalam keadaan bebas dan pengukuran panjang gelombang tertentu (Ellwel, 1996). Spektrofotometri dilandaskan pada serapan energi cahaya oleh atom netral dan cahaya, yang biasanya menyerap cahaya ultraviolet. Instrumen tersebut berisi sistem penyerapan yang dapat menghasilkan sinar monokromator dengan lebar puncak 0,002-0,005 nm (Rohman, 2007).

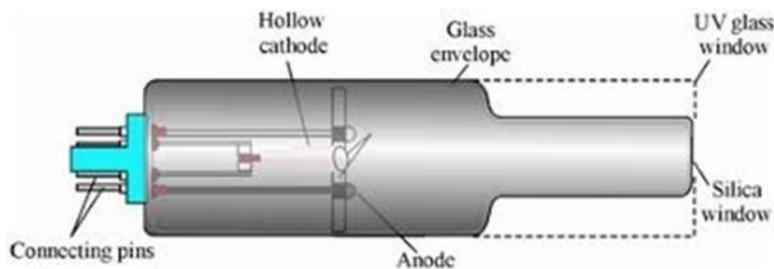


Gambar 2.3: Diagram skematik Spektrofotometri serapan atom

(Levinson, 2006)

2.3.2 Instrumen Spektrofotometer serapan atom

1. Sumber Sinar



Gambar 2.4 Lampu katoda berongga (*Hollow Cathode Lamp*)

(Skoog,1998)

Sumber cahaya utama yang dipakai pada spektrofotometri serapan atom yaitu lampu katoda berongga, yang terdiri atas dua bagian, katoda dan anoda, yang diletakkan pada silinder kaca berongga yang berasal dari kuarsa medium tabung logam jenis tersebut dimasukan gas inert (neon atau argon) pada tekanan rendah (10-15 torr). Neon biasanya menjadi pilihan pertama karena memberikan pendaran yang lebih rendah ketika ada perbedaan tegangan tinggi antara anoda dan katoda. Intensitas (600) volt, katoda nantinya mengeluarkan pancaran seberkas elektron, menuju ke arah anoda dengan energi yang sangat cepat dan tinggi sekali.

elektronelektron yang berenergi besar ini saat perjalanannya ke arah anoda akan membentur/ menabrak gas –gas mulia yang di isikan tadi. Saat diberi potensial listrik, muatan positif ion gas menabrak katoda dan terjadinya pancaran spektrum garis logam yang berkaitan, akibatnya unsur-unsur gas mulia berjalan cepat sekali ke arah katoda beserta energi yang besar. Akan di analisis. ion – ion

positif gas mulia nantinya menabrak unsur-unsur tersebut sehingga terpental ke luar permukaan katoda. Atom-atom unsur ini lalu nantinya bereksitasi ke tingkat elektron yang lebih tinggi lalu setelah itu mengeluarkan spektrum pancaran dari unsur yang sama dengan unsur yang nantinya di analisis. sumber sinar yang sering digunakan yakni lampu katoda berongga (*hollow cathode lamp*). Kekurangan penggunaan lampu katoda berongga diantaranya yaitu satu lampu untuk unsur, tapi saat ini sudah sering ditemukan lampu katoda berongga kombinasi, yaitu satu lampu dilapisi dengan berbagai unsur sehingga bisa dipakai.

2. Tempat sampel

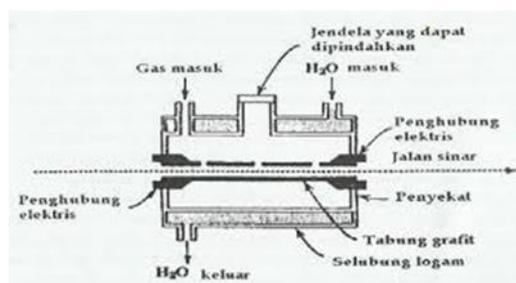
Bila memakai spektrofotometri penyerapan atom untuk analisis, sampel yang nantinya di analisis wajib terurai menjadi atom netral yang masih dalam kondisi basa. Ada beberapa alat yang bisa dipakai untuk merubah sampel menjadi atom, yaitu

a. Dengan nyala

Dengan nyala api dipakai untuk merubah sampel dalam bentuk padat ataupun cair menjadi bentuk uap atom, serta mempunyai fungsi sebagai alat penyemprot. Dalam spektrofotometri emisi atom, nyala api digunakan sebagai pengekstiasi atom dari tingkatan terendah menuju tingkatan yang tinggi dari tingkatan yang sebelumnya. Suhu yang bisa di capai nyala api bergantung pada gas yang dipakai. Saat memilih bahan bakar dan gas pengoksidasi serta komposisi rasio berpengaruh besar pada suhu nyala. Sumber api terbanyak yang dipakai yaitu campuran asetilena sebagai bahan bakar dan udara sebagai oksidan.

b. Tanpa nyala

Atomisasi bisa dijalankan pada tungku grafit, seperti tungku yang diperbaharui oleh masmann. ambil beberapa sampel (sampel cair hanya beberapa mikroliter, sedangkan sampel padat beberapa miligram) dan ditempatkan dalam tabung grafit, lalu panaskan tabung menggunakan sistem kelistrikan dengan melewati arus listrik melalui grafit. Akibatnya, analit menjadi atom netral dalam fraksi atom ini, dan cahaya melewati lampu katoda berongga, maka terjadi proses penyerapan energi cahaya yang aturan analisa kuantitatifnya terpenuhi. Sistem pemanas flameless diperoleh melalui 3 fase, yakni : pengeringan (*drying*); pengabuan (*ashing*); dan atomisasi. Dalam keadaan normal, waktu pemanasan dan suhu flameless dilakukan sesuai dengan program (Gandjar dan Rohman, 2017).



Gambar 2.5 Tungku masmann (Pecsok, 1976; Gandjar dan Rohman)

3. Monokromotor dan sistem optik

Untuk analisis secara kuantitatif, sinar yang digunakan harus memiliki sifat monokromatik yaitu memisah, mengisolasi serta mengendalikan kekuatan energi yang dilanjutkan kepada detektor. Monokromator yang sering dipakai adalah monokromator difraksi grating, sehingga berkas cahaya yang dihasilkan di lampu katoda berongga nantinya dilewatkan melewati sela kecil dan difokuskan memakai cermin ke arah monokromator.

4. Detektor dan Sistem Elektronik

Detektor berfungsi untuk mengubah sel atom menjadi berbentuk sinyal listrik yang nantinya dikuatkan dan diukur dengan sistem pemrosesan data (Willard et al., 1989)

5. Readout

Readout adalah alat petunjuk atau bisa disebut juga pola pencatatan hasil yang prosesnya dikerjakan dengan alat yang sudah terkalibrasi untuk membaca transmisi atau absorpsi. Hasil bacaannya bisa berbentuk angka atau kurva dari suatu recorder yang menjelaskan absorpsi atau intensitas emisi (Gandjar, I. G., dan Rohman, 2017)

2.3.3 Bahan bakar dan bahan pengoksidasi

Propana, hidrogen, dan asetilen adalah bahan bakar yang digunakan, untuk oksidatornya menggunakan udara, oksigen dan dinitrogen oksigen (N_2O). Ukuran suhu maksimum dari beragam nyala bisa kita lihat pada tabel II.3.

Tabel II.3 Temperatur Maksimum Berbagai Nyala (Khopkar, 1985)

Bahan Bakar	Oksidasi	Oksidan	N_2O
	Udara	Oksigen	
Hidrogen	2100	2780	-
Asetilen	2200	3050	2955

Propana	1950	2800	-
----------------	------	------	---

2.3.4 Penyiapan Sampel

Dalam penyiapan sampel ada dua tipe yaitu pengabuan basah dan pengabuan kering :

2.3.4.1 Pengabuan Basah

Pengabuan basah biasanya disebut oksidasi basah atau pencernaan basah. Tujuan dari pengabuan adalah untuk menganalisis mineral tertentu dan logam beracun. Pengabuan basah sering digunakan untuk menganalisis mineral seperti besi, fosfor, tembaga dan seng, karena ketika pengabuan kering terjadi penguapan selama proses kerja. Keuntungan dari proses pengabuan basah adalah mineral tetap berada dalam larutan dan karena suhu rendah dan waktu oksidasi yang singkat, tidak ada atau tidak ada kehilangan penguapan. Dalam pengabuan basah, hanya satu asam yang digunakan yang tidak dapat memberikan oksidasi bahan organik yang lengkap dan cepat sehingga campuran asam sering digunakan. Kombinasi asam yang umum digunakan adalah asam nitrat, sulfur hidrogen peroksida, dan asam hipertonik (Nielson, 2010)

2.3.4.2 Pengabuan Kering

Pengabuan kering melibatkan menempatkan sampel dalam wadah dan kemudian memanaskannya dalam tungku pada 450-550oC. Keuntungan dari pengabuan kering adalah metode yang lebih aman, tidak memerlukan penambahan atau penghilangan reagen, dan membutuhkan sedikit perhatian pada awal proses penyalaan. Kekurangan Membutuhkan waktu yang lama (12-18 jam) dan biaya peralatan yang mahal. Pengabuan kering akan kehilangan elemen volatil, dan komponen mineral akan berinteraksi dengan wadah. Unsur volatil kadmium, timbal, merkuri dan selenium dapat hilang (Mitra, 2003).

2.3.5 Gangguan-gangguan pada spektrofotometri serapan atom

Menurut aziz (2007), sebab-sebab yang memepengaruhi pancaran nyala unsur unsur tertentu sehingga menimbulkan hambatan pada penetapan konsentrasi unsur diantaranya:

1. Gangguan yang disebabkan oleh terbentuknya senyawa tahap api akibat reaksi antara analit dengan senyawa berupa anion dalam larutan sampel maka membentuk

senyawa kebal panas. Misalnya, fosfat nantinya bereaksi dengan kalsium dalam nyala api untuk membentuk pirofosfat ($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$) yang akan mengurangi penyerapan atau emisi atom kalsium. Sosisi dari gangguan ini yaitu dengan melakukan penambahan strontium klorida atau lantanum nitrat pada larutan. Selain itu, juga bisa dicegah dengan penambahan EDTA dalam jumlah berlebihan. EDTA nantinya membentuk kelat dengan kalsium, yang dapat menghindari terbentuknya senyawa tahan api dengan fosfat.

2. Hambatan ionisasi gangguan ini muncul di unsur alkali tanah dan unsur lain yang gampang terionisasi dalam nyala api, dalam analisis AAS, emisi serta penyerapan atom yang tidak terionisasi diukur, sehingga keberadaan atom terionisasi dalam nyala api nantinya bisa menangkap sinyal.

3. Hambatan ionisasi gangguan ini muncul di unsur alkali tanah dan unsur lain yang gampang terionisasi pada nyala api. Pada spektroskopi serapan atom, yang dihitung ialah emisi dan penyerapan atom yang tidak terionisasi, yang nantinya akan ada atom yang terionisasi dalam nyala api nantinya dapat menimbulkan sinyal yang diterima detektor melemah.

4. Gangguan fisik alat interferensi fisik ialah seluruh parameter yang bisa berpengaruh pada cepat lambatnya pembakaran dan atomisasi lengkap sampel. Parameternya meliputi laju aliran gas dan perubahan suhu nyala dalam viskositas sampel. Gangguan ini dapat dikompensasikan dengan kalibrasi atau standarisasi yang lebih sering (Syahputra, 2004).

2.4 Validasi Metode

Validasi metode yaitu analisa untuk mengevaluasi parameter eksperimental untuk memastikan atau menyatakan bahwa parameter itu sudah terpenuhi syarat-syarat penggunaannya (Harmita, 2004).

Beberapa parameter dari validasi metode yaitu:

1. Batas Deteksi (BD) dan Batas Kuantitasi (BK)

Batas deteksi serta batas kuantifikasi digunakan pada blanko untuk menentukan batasan deteksi dan batasan kuantifikasi. Hasil perhitungan limit deteksi adalah jumlah dari nilai konsentrasi rata-rata minimum yang ditambahkan pada hasil kali ketiga dan dikalikan dengan simpangan baku x/y , limit kuantifikasi adalah hasil perhitungan limit deteksi, dimana jumlah konsentrasi minimum rata-rata ditambahkan ke x dalam produk sepuluh kali standar deviasi/ y (Mitra, 2003)

A. Batas Deteksi (Q)

Karena $k=3$ atau 10 simpangan baku (sb)= Sy/x , maka

$$Q = \frac{3 Sy/x}{S1}$$

B. Batas Kuantitasi (Q)

$$Q = \frac{10 Sy/X}{S1}$$

2. Linearitas

Linearitas adalah kecakapan teknik analisa untuk merespon langsung atau dibantu oleh tranformasi matematis yang bagus, dan sebanding dengan konsentrasi analit pada sampel padad jarak tertentu (Gandjar, 2007).

3. Keseksamaan (Precision)

Keseksamaan ialah nilai yang memperlihatkan tingkatan ketepatan antar hasil uji individual, jika metode ini dipakai berkali-kali pada sampel yang di ambil dari campuran homogen, itu diukur dengan rata-rata distribusi hasil individu. Keterulangan ialah keseksamaan teknik jika digunakan berkali-kali oleh analisa yang sama pada situasi yang sama dengan jangka waktu yang kecil. Kriteria seksama diberik apabila teknik memberi simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang.

4. Akurasi atau kecermatan

Akurasi ialah ukuran yang menunjukkan seberapa dekat hasil analisa dengan kandungan analit yang benar. Biasanya dikatakan sebagai persentase tingkat pemulihan atau recovery rate. Terdapat tiga metode untuk menentukan akurasi, yaitu teknik membandingkan dengan standar referensi, teknik simulasi (tingkat pemulihan plasebo berduri) dan metode penambahan standar. Persentase tingkat pemulihan dikatakan sebagai perbandingan antara kadar yang didapat dan kadar yang sebenarnya. Jika hasil analisa menghasilkan sampel biologis dan nabati antara 98-102%, dan persyaratan akurasi yang baik adalah 80-120%, maka diberikan standar yang akurat (Harmita,2004).

Tabel II.4 Rentang Persen Perolehan Kembali yang Diiijinkan pada Setiap Konsentrasi Analit pada Sampel (Harmita, 2004)

Jumlah analit pada sampel	Persen perolehan kembali yang diijinkan (%)
100%	98 – 102
>10%	98 – 102
>1	97-103%
0,1%	95-105%
0,01%	90-107
0,001%	90-107
1 (ppm)	80-110
100 ppb	80-110
10 ppb	60-115

1 ppb

40-120

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian dilakukan secara eksperimental dengan menganalisis mineral makro (*Kalsium*) dan mikro (*Besi*) pada sampel kale dengan species *B. Oleracea*. Sampel yang digunakan yaitu kale yang masih segar. Penelitian dilakukan memakai teknik Spektrofotometri serapan atom. Penelitian diawali dengan penyiapan alat dan bahan yang dibutuhkan untuk penelitian, sebelum dilakukan penelitian sampel yang digunakan di destruksi basah terlebih dahulu untuk memecah sampel menggunakan pelarut asam-asam kuat baik tunggal atau campuran sehingga mineral nya dapat di

analisis, dengan cara Sampel ditimbang ± 3 gram di dalam erlenmeyer, lalu ditambah 20 ml larutan asam nitrat pekat dan 5 ml hidrogen peroksida pekat. panaskan erlenmeyer tersebut diatas lempeng pemanas pada lemari asam ,sampai di dapatkan larutan jernih,selama ± 3 jam. Diamkan hasil destruksi tersebut hingga dingin. Larutan hasil destruksi tersebut dituangkan pada labu ukur 10 ml . labu ukur cukup sampai garis batasan aquadest bebas mineral ,kemudian dipindahkan ke dalam vial.selanjutnya pembuatan larutan standar, Tahap dilanjutkan dengan validasi metode spektrofotometri serapan atom dengan beberapa parameter validasi meliputi linearitas uji batas deteksi dan batas kuantitasi, akurasi , presisi . Tahap selanjutnya yaitu dilakukan analisis penetapan kadar kalsium dan besi memakai teknik spektrofotometri serapan atom pada panjang gelombang maksimumnya ,sehingga di ketahui berapa kandungan Besi dan Kalsium dengan rumus Kadar ($\mu\text{g/g}$) =
$$\frac{(\text{konsentrasi } (\mu\text{g/mL}) \times \text{Volume (mL)})}{\text{berat sampel (g)}}$$