

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1. Mineral Dalam Tubuh dan Makanan

Sebagian besar makanan, yaitu sekitar 96 % terdiri dari bahan organik dan air, sisanya terdiri dari unsur-unsur mineral. Mineral dalam tubuh dan makanan terutama terdapat dalam bentuk ion-ion. Keseimbangan ion-ion mineral dalam tubuh mengatur proses metabolisme, mengatur keseimbangan asam basa, tekanan osmotik dan membantu transpor senyawa-senyawa penting pembentuk membran (Poedjadi, 1994).

Kebutuhan minimum beberapa mineral bagi pertumbuhan normal belum diketahui secara pasti. Manusia dewasa pada umumnya memerlukan mineral dalam jumlah yang relatif sedikit. Menurut kebutuhan tubuh manusia, mineral dapat dibagi menjadi menjadi dua macam yaitu:

1. Makromineral: P, Ca, K, Na, Cl, S dan Mg
2. Mikromineral: Fe, Zn, Mn, Cu Mo, dan B (McGilvery & Goldstein, 1996).

Namun unsur-unsur yang diperlukan tersebut tidak dapat disintesis sendiri oleh tubuh manusia, sehingga untuk mencukupinya diperlukan penambahan dari luar. Makanan hewani merupakan sumber utama mineral, akan tetapi dari beberapa penelitian menunjukkan bahwa makanan hewani selain mengandung banyak mineral yang dibutuhkan manusia, juga banyak mengandung zat-zat yang dapat membahayakan kesehatan tubuh seperti kolesterol, sehingga makanan nabati, menjadi pilihan utama seperti kacang-kacangan.

## 2.2. Kedelai

Kedelai merupakan tanaman semusim, berupa semak rendah, tumbuh tegak, berdaun lebat, dengan beragam morfologi. Nama botani kedelai yang dibudidayakan adalah *Glycine Max (L) Merril*. (Lamina, 1989). Tumbuhan ini mempunyai bentuk polong, kulit bijinya sangat tebal, bentuk biji umumnya bulat lonjong, ada yang bundar agak pipih, dengan warna kulit biji kuning, hitam, hijau, atau coklat. Polong kedelai mempunyai bulu, berwarna kuning kecoklatan. Bila polong telah menguning, mudah pecah dan biji-bijinya melenting keluar (Suprpto, 1992).

Klasifikasi dari *Glycine max (L) Merrill* adalah sebagai berikut:

Ordo	: Polypepetales
Famili	: Leguminoseae
Sub-famili	: Papilionoideae
Genus	: Glycine
Sub-genus	: Soja
Species	: Max

Kedelai merupakan bahan makanan penting sebagai sumber nabati yang dikonsumsi dalam bentuk olahan dan hanya sebagian kecil yang dikonsumsi secara langsung. Dalam 100 gram bahan kedelai mengandung 35 gram protein, 35 gram karbohidrat, dan kandungan gizi lainnya, yang selengkapnya dipaparkan dalam Tabel 2.1

Tabel 2.1 Nilai Gizi per 100 gram Bahan Kedelai

No.	Kandungan	Nilai Gizi
1.	Protein	35 gram
2.	Lemak	18 gram
3.	Karbohidrat	35 gram
4.	Kalsium	227 mg
5.	Fosfor	585 mg
6.	Besi	8 mg

(Lamina, 1989).

### 2.3. Besi, Fe

Besi merupakan unsur keempat yang paling melimpah dalam kulit bumi yang berupa bijih-bijih besi. Bijih yang paling utama adalah hematite  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , magnetite  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , limonite  $\text{FeO}(\text{OH})$  dan siderite  $\text{FeCO}_3$ . Besi murni berwarna putih perak, kukuh, liat dengan titik lebur  $1535^\circ\text{C}$ . Cukup reaktif, dengan udara bebas akan teroksidasi menjadi besi(III). Besi-besi pasaran biasanya mengandung sejumlah kecil karbida, fosfida, dan sulfida dari besi, serta sedikit mengandung grafit (Vogel, 1990 dan Cotton, 1989).

Logamnya mudah larut dalam asam-asam mineral. Dalam asam klorida encer maupun pekat akan menghasilkan garam-garam besi(II) dan gas hidrogen. Garam-garam ini mengandung kation  $\text{Fe}^{2+}$  dan mudah dioksidasi menjadi besi(III). Dalam asam nitrat encer dingin akan terbentuk ion besi(II) dan amonia, sedangkan dengan

asam nitrat pekat panas besi akan melarut dengan membentuk gas nitrogen oksida dan ion besi(III). Garam-garam besi(III) diturunkan dari oksida besi(III)  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  yang lebih stabil dari pada garam besi(II) (Vogel, 1994).

Dalam bahan pangan mineral besi banyak ditemukan pada hijauan seperti polong-polongan dan kulit biji-bijian. Dalam bahan pangan hewani mineral ini biasanya didapatkan pada daging, darah dan ikan. Hampir semua hijauan pakan ternak mengandung mineral besi, tetapi kandungan unsur ini bervariasi bergantung pada kondisi keasaman tanah dan tanah tempat tanaman tumbuh.

Penyerapan besi dari makanan oleh usus sangat rendah dan dipengaruhi oleh bentuk besi dalam makanan, serta terdapatnya zat-zat yang menghambat atau meningkatkan penyerapan. Zat-zat yang dapat menghambat penyerapan zat besi antara lain asam fitat, asam oksalat dan tannin (terdapat dalam sereal, sayuran, kacang-kacangan dan daun teh), sedangkan zat yang dapat meningkatkan penyerapan besi adalah protein hewani dan vitamin C (Muchtadi, 1993).

Dalam tubuh manusia, besi merupakan unsur mikromineral dan jumlahnya relatif terbatas. Pada pria dewasa terdapat 40-50 mg besi per kg berat badan dan pada wanita dewasa 35-50 mg per kg berat badan. Sebagian besar terdapat dalam hemoglobin, dan sisanya merupakan komponen dari mioglobin, sitokrom dan bagian dari enzim katalase dan peroksidase. Peranan besi pada umumnya berkaitan dengan proses respirasi sel (Poedjiadi, 1994).

Defisiensi besi akan menimbulkan penurunan kadar hemoglobin darah atau anemia gizi besi sedangkan keracunan akibat kelebihan kadar besi akan menyebabkan *siderosis* dan *hemokromatosis hereditas*. Ikhtisar mengenai kebutuhan sehari-hari

akan berbagai nutrien esensial termasuk besi, telah diterbitkan oleh *Food and Nutrition Board of the Nation Research Council*. Konsumsi besi yang dianjurkan harus sesuai dengan RDA (*Recommended Dietary Allowence*) yaitu 10-15 mg untuk diet setiap harinya (Robert, 1999).

## **2.4. Metode Destruksi**

Destruksi merupakan salah satu metoda perlakuan awal yang bertujuan untuk menguraikan atau merombak logam-organik menjadi logam-anorganik lepas. Destruksi dapat dilakukan secara basah dan kering. Pemilihan metoda destruksi sangat mempengaruhi keberhasilan suatu analisis, terutama analisis secara spektrofotometri serapan atom.

### **2.4.1. Destruksi Basah**

Destruksi basah merupakan perombakan sampel organik dengan asam kuat dan pemanasan, kemudian dioksidasi dengan zat oksidator, sehingga diperoleh logam-anorganik bebas. Destruksi basah sangat sesuai untuk logam-logam volatil. Pelarut asam yang digunakan dalam destruksi basah adalah  $H_2SO_4$ ,  $HNO_3$ ,  $HClO_4$ , atau campuran dari masing-masing asam. Pemilihan pelarut asam baik tunggal maupun campuran, sangat mempengaruhi kesempurnaan destruksi (Anderson, 1987).

### **2.4.2. Destruksi Kering**

Destruksi kering merupakan perombakan logam-organik dalam sampel menjadi logam-anorganik bebas dengan cara pengabuan. Sampel ditempatkan dalam kurs porselin, kuarsa atau platina kemudian dipanaskan pada suhu tinggi hingga senyawa organik habis terbakar dan hanya residu anorganik yang tertinggal. Adanya

oksigen udara akan mengoksidasi residu yang tertinggal menjadi oksida logam (Anderson, 1987)

Destruksi ini dapat digunakan untuk material dalam tanaman seperti kayu, kulit kayu, buah, akar, daun, dan tangkai. Kontaminasi pada destruksi kering lebih sedikit dibandingkan destruksi basah. Pada umumnya destruksi kering membutuhkan suhu pemanasan antara 400-800 °C, tergantung jenis sampel yang akan dianalisis (Sneddon, 1991).

Untuk logam-logam yang mudah menguap perlakuan dengan metode destruksi kering tidak akan memberikan hasil yang akurat. Hal ini disebabkan karena logam-logam tersebut sebagian besar akan hilang ketika sampel diabukan pada suhu tinggi. Pengabuan pada suhu diatas 250 °C, akan menyebabkan hilangnya unsur-unsur tertentu seperti seng, kadmium dan selenium.

Untuk logam-logam yang dapat membentuk oksida stabil, maka perlakuan awal dengan metoda destruksi kering dapat memberikan hasil yang baik. Oksida-oksida stabil yang terbentuk, kemudian dilarutkan ke dalam pelarut asam baik tunggal maupun campuran, setelah itu dianalisis dengan metode instrumentasi yang digunakan (Sneddon, 1991).

## **2.5. Asam-asam Pendestruksi**

### **2.5.1. Asam Klorida, HCl**

Konsentrasi HCl pekat yang tersedia sekitar 12 M dengan titik didih 108 °C. HCl dapat bertindak sebagai asam kuat tetapi sifat oksidasinya tidak sekuat nitrat, ion kloridanya mempunyai kecenderungan yang kuat untuk membentuk kompleks yang

larut dengan banyak unsur. HCl biasanya digunakan untuk melarutkan logam elektropositif dan oksidanya. Selain itu juga dapat melarutkan fosfat, borat, karbonat dan sulfida. Untuk beberapa logam dan oksidanya, HCl merupakan pelarut yang lebih baik dari pelarut reaktif lain yang merupakan agen pengoksidasi (Anderson, 1987)

### 2.5.2. Asam Nitrat, $\text{HNO}_3$

Asam pekat yang biasanya tersedia adalah larutan  $\text{HNO}_3$  dalam air dengan bobot persen 65 – 60 %. Asam dengan konsentrasi 67 % memiliki titik didih  $121^\circ\text{C}$ . Pelarut ini digunakan untuk melarutkan mineral yang memerlukan oksidasi, seperti mineral karbonat dan beberapa mineral sulfida. Kegunaan lain yaitu untuk penentuan logam berat dalam bentuk sulfidanya seperti tembaga, seng, timbal, timah hitam dan kobalt (Anderson, 1987)

### 2.5.3. $\text{HCl-HNO}_3$

Campuran murni pelarut ini berwarna kuning dengan bau khas klorin. Pelarut ini berfungsi untuk melarutkan logam-logam kurang aktif seperti emas, platina, perak, tembaga dan air raksa. Suatu pelarut yang sangat kuat yaitu aqua regia dengan perbandingan  $\text{HCl} : \text{HNO}_3$  (3 : 1). Efektivitas pelarutan dapat dipertinggi dengan pelarutan dalam tabung tertutup rapat (Anderson, 1987)

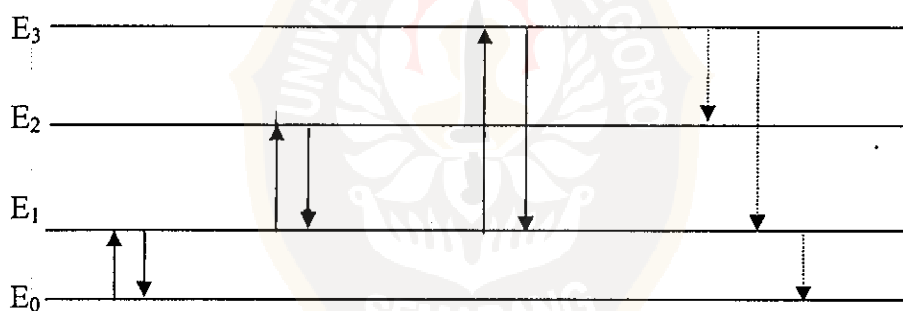
## 2.6. Spektrometri Serapan Atom

Spektrometri serapan atom merupakan salah satu metode instrumentasi untuk menentukan kadar logam dalam sampel yang cukup kompleks, karena metode ini pengerjaannya cepat, sensitif, spesifik dan dapat digunakan untuk menentukan kadar logam yang konsentrasinya kecil tanpa dipisahkan terlebih dahulu (Haswell, 1991).

### 2.6.1. Prinsip Dasar

Prinsip dari instrumen ini didasarkan pada proses penyerapan energi sinar monokromatis oleh atom-atom pada panjang gelombang tertentu oleh suatu medium populasi uap atom netral yang ditentukan.

Atom tersusun atas inti yang dikelilingi oleh elektron. Pada keadaan dasar (*ground state*) elektron berada dalam keadaan stabil dan akan tereksitasi bila elektron tersebut menyerap energi. Energi akan dipancarkan ketika atom yang tereksitasi kembali ke tingkat dasar. Detektor akan mendeteksi energi yang terpancar tersebut. Berdasarkan tingkat energi atom, proses serapan dan pancaran energi digambarkan dalam gambar 2.1



Gambar 2.1. Proses atomisasi yang melibatkan penyerapan energi

Energi yang digunakan untuk proses eksitasi dapat diatur dan digunakan untuk tujuan analisis. Karena panjang gelombang energi radiasi berhubungan dengan transisi elektron yang khas untuk setiap unsur yang dianalisis, maka setiap unsur memiliki pita serapan pada panjang gelombang tertentu (Khopkar, 2002).



### 2.6.2. Hukum Absorpsi

Jika seberkas cahaya yang jatuh pada atom dengan intensitas  $I_0$ , maka intensitas cahaya yang sampai pada detektor sebesar  $I_1$ . Sebagian cahaya akan diserap oleh atom yang tereksitasi sebesar:

$$\log \frac{I_0}{I_1} = A \quad (1)$$

A adalah absorbansi dari atom yang merupakan intensitas cahaya yang diserap, karena absorbansi berhubungan dengan struktur elektronik senyawa, kepekatan larutan dan tebal sel sampel, maka persamaan diatas dapat tulis menjadi:

$$A = \epsilon.C.b \quad (2)$$

$\epsilon$  adalah koefisien absorptivitas molar, C konsentrasi sampel dan b adalah tebal sel yang ditempati sampel.

### 2.6.3. Suhu Nyala Atomisasi

Suatu zat yang berbeda akan memerlukan jumlah energi yang berbeda untuk diubah menjadi atom-atom. Kondisi suhu yang lebih kecil dari suhu atomisasi standar untuk atom yang ditentukan tidak akan mengurangi pengoptimalan atomisasi, sedangkan pengkondisian suhu yang melebihi suhu atomisasi standar untuk atom yang ditentukan justru cenderung mengubah zat menjadi ion-ion.

Ionisasi dapat terjadi bila energi yang berasal dari nyala melebihi energi ionisasi atom. Hubungan suhu dengan energi adalah jumlah energi yang disuplai oleh nyala berbanding lurus terhadap suhu nyala. Semakin tinggi suhu nyala maka akan semakin tinggi pula energi yang dihasilkan.

Pengubahan suhu nyala dapat dilakukan dengan memvariasi perbandingan gas oksidan terhadap gas pembakar. Suatu nyala dengan oksidan yang cukup untuk digunakan bereaksi secara efisien dengan seluruh gas pembakar disebut *lean flame*, sedangkan nyala dengan jumlah gas pembakar berlebih disebut *fuel-rich flame*. *Lean flame* memiliki suhu lebih tinggi dari pada *fuel-rich flame*.

Tabel 2.2 berikut ini menampilkan kombinasi gas pembakar dan gas oksidan yang biasa digunakan dalam spektrometri serapan atom nyala dan kisaran suhu yang dapat diamati.

Tabel 2.2 Kisaran suhu pada kombinasi gas pembakar dan oksidan

Gas Pembakar	Gas Oksidan	Suhu (°C)
Natural gas	Udara	1700–1900
Natural gas	Oksigen	2700–2800
Hidrogen	Udara	2000–2100
Hidrogen	Oksigen	2550–2700
Asetilen	Udara	2100–2400
Asetilen	Oksigen	2600–2800
Asetilen	Nitrous oksida	3050–3150

#### 2.6.4. Pengaruh Suhu Terhadap Serapan

Intensitas serapan sangat dipengaruhi oleh suhu nyala karena suhu nyala ini mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap rasio antara partikel-partikel tereksitasi dan tidak tereksitasi. Persamaan Boltzmann dapat digunakan untuk menghitung fraksi tersebut.

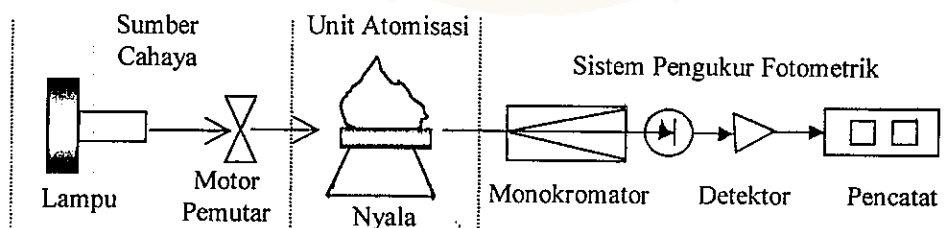
$$\frac{N_j}{N_o} = \frac{P_j}{P_o} e^{\left(\frac{-E_j}{kT}\right)} \quad (3)$$

dengan  $N_o$  adalah jumlah atom keadaan dasar,  $N_j$  adalah jumlah atom yang tereksitasi,  $T$  adalah suhu dalam Kelvin,  $E_j$  adalah perbedaan energi dalam erg antara keadaan tereksitasi dan keadaan dasar, dan  $k$  adalah konstanta Boltzmann ( $1,3806 \times 10^{-16}$  erg  $K^{-1}$ ). Besaran  $P_j$  dan  $P_o$  adalah jumlah keadaan kuantum dengan energi yang sama pada keadaan tereksitasi dan keadaan dasar.

Persamaan Boltzmann tersebut menunjukkan bahwa peningkatan suhu mengakibatkan peningkatan jumlah atom tereksitasi. Peningkatan suhu juga akan menaikkan efisiensi atomisasi.

#### 2.6.5. Cara Kerja AAS Nyala

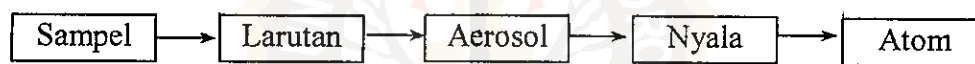
Setiap alat AAS terdiri atas tiga komponen, yaitu unit atomisasi, sumber radiasi dan sistem pembacaan. Cara kerja gambar tersebut dapat dijelaskan pada gambar 2.2



Gambar 2.2 Skema instrumentasi spektrometer serapan atom

*Sumber Cahaya.* Sumber sinar yang digunakan sangat spesifik untuk tiap unsur, karena atom menyerap pada panjang gelombang tertentu yang spesifik dan sangat sempit. Penggunaan sinar yang sempit ini tidak hanya memberikan sensitifitas yang tinggi, juga akan menghindari serapan atom dari interferensi spektra. Sumber cahaya yang digunakan adalah lampu katoda berongga.

*Unit Atomisasi.* Merupakan tempat terjadinya proses atomisasi logam sehingga dapat menyerap energi radiasi yang diberikan. Dalam *nebuliser* larutan diubah menjadi aerosol. Bersama-sama dengan bahan bakar dan gas oksidator, aerosol masuk ke dalam gas pembakar. Dalam nyala, aerosol diubah menjadi uap atom kemudian menyerap cahaya dari lampu katoda berongga. Tahapan pembentukan atom dijelaskan seperti gambar 2.3



Gambar 2.3 Tahapan yang terjadi pada proses atomisasi