

# ANALISIS KADAR ABU DAN MINERAL

---

**PROGRAM STUDI TEKNOLOGI PANGAN  
FAKULTAS TEKNIK UNIVERSITAS PGRI SEMARANG**



# PENDAHULUAN

---

**Abu** adalah Zat anorganik sisa hasil pembakaran suatu bahan dan erat kaitannya dengan kandungan mineral bahan tersebut.

**Kadar abu** → total kandungan mineral dlm bahan pangan

Berbagai mineral di dalam bahan ada di dalam abu pada saat bahan dibakar

# JENIS MINERAL

---

- Makro : Na, K, Cl, Ca, Mg, P, S
- Mikro : Fe, I, Mn, Cu, Zn, Co, F

## KEBUTUHAN

- Ca & P : 800 mg/hari u/ dewasa
- Fe : 35 – 50 mg/bb/hari
- Na : max. 1 g/bb/hari

# FUNGSI

---

- Elektrolit
- Pembentukan tulang dan gigi
- Kofaktor enzim
- Fungsi kardiovaskuler, tekanan darah, dan kontraksi otot jantung
- pH dan volume cairan tubuh
- Pengikatan O<sub>2</sub>
- Penyusunan protein

# ANALISIS MINERAL

---

Cara :

- Ekstraksi mineral dari abu (dengan  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ , dll)
- *Wet ashing* (dengan labu kjeldahl)

Hasil ekstraksi diukur dengan :

- Kalorimeter/Spektrofotometri
- *Flame Emission Spectroscopy* (FES)
- *Atomic Absorption Spectroscopy* (AAS)

# ANALISIS MINERAL

---

## Mineral Makro

- NaCl
- Phospor (P)
- Calsium (Ca)

## Mineral Mikro

- Fe

# ANALISIS KANDUNGAN MINERAL TOTAL

---

Kandungan mineral bahan makanan



**Destruksi**  
bahan

**Pengabuan kering**  
*(dry ashing)*

**Pengabuan basah**  
*(wet digestion)*



# LANJUTAN

---

## **Pemilihan cara tergantung:**

- **Sifat zat organik dalam bahan**
- **Sifat zat anorganik dalam bahan**
- **Mineral yang akan dianalisa**
- **Sensitivitas cara yang digunakan**



# Analisis Proksimat

**Analisis Proksimat** adalah suatu metoda analisis kimia untuk mengidentifikasi kandungan zat makanan dari suatu bahan pakan / pangan

---

**Istilah proksimat mengandung arti** bahwa hasil analisisnya tidak menunjukkan angka sesungguhnya, tetapi mempunyai nilai Mendekati.

Hal ini disebabkan komponen dari suatu fraksi masih mengandung komponen lain yang jumlahnya sangat sedikit yang seharusnya tidak masuk kedalam fraksi yang dimaksud. Namun demikian analisi kimia ini adalah yang paling ekonomis (relaif) dan datanya cukup memadai untuk digunakan dalam penelitian dan keperluan praktis.

**Prinsip** → Abu dalam bahan pangan ditetapkan dengan menimbang sisa mineral hasil pembakaran bahan organik pada suhu sekitar  $550^{\circ}\text{C}$ -  $600^{\circ}\text{C}$  selama  $\pm 8$  jam (abu berwarna putih), sehingga unsur utama pembentuk senyawa organik (C,H,O dan N habis terbakar dan berubah menjadi gas

### Peralatan

1. Cawan pengabuan (porselin, nikel, platina)
2. Tanur pengabuan
3. Penjepit cawan

**Tanur** : Suhu bisa mencapai dengan  $1000^{\circ}\text{C}$



Pengabuan adalah langkah pertama  
dalam preparasi sampel untuk  
analisis elemen mineral spesifik

Ada 2 macam metode pengabuan :

1. Pengabuan kering → untuk sampel dlm jumlah besar (total abu)
2. Pengabuan basah → untuk sampel dgn kadar lemak tinggi & untuk preparasi analisis element

# Table 1. Ash Content of Selected Foods

Food	Percent Ash (wet weight basis)
Milk & Dairy product	
Butter	2.5
Cream	2.9
Evaporated Milk	1.6
Margarine	2.5
Milk	0.7
Yogurt	0.8
Meat, Poultry & Fish	
Eggs	1.0
Fish Fillet	1.3
Ham, Fresh	0.8
Hamburger, Cooked	1.1
Poultry	1.0
Roast Beef	3.0

Food	Percent Ash (wet weight basis)
Fruit & Vegetables	
Apples	0.3
Bananas	0.8
Cherries	0.5
Dried Fruits	2.3
Potatoes	1.0
Tomatoes	0.6
Cereals	
Brown Rice	1.0
Corn Milk	1.3
Hominy	0.4
White Rice	0.7
Whole Wheat Flour	1.7

kadar mineral produk hewani → konstan  
kadar mineral produk nabati → bervariasi

## **Ada 3 macam metode pengabuan**

1. Pengabuan kering → untuk sampel dlm jumlah besar (total abu)
2. Pengabuan basah → untuk sampel dgn kadar lemak tinggi & untuk preparasi analisis element
3. Pengabuan plasma temperatur rendah → preparasi sampel untuk mencegah penguapan element

### **Persiapan Sampel :**

Milling, grinding → gunakan alat2 dr steel (baja) → mencegah kontaminasi

Water source → distilled-deionized water (mencegah kontaminasi mikroelement)





# PENGABUAN KERING

---

- **Prinsip** → pembakaran pd suhu tinggi ( $550^{\circ}\text{C}$  atau lebih) di dlm tanur (muffle furnace). Abu dlm bahan pangan ditetapkan dgn menimbang sisa mineral hasil pembakaran
- **Kelebihan** → metodenya aman, tidak membutuhkan pereaksi & blanko substrat, dan tdk memerlukan perhatian khusus
- **Kekurangan** → memerlukan waktu panjang (8-18 jam/semalam), memerlukan peralatan yg mahal, dpt menghilangkan element volatil (As, B, Cd, Cr, Cu, Fe, Pb, Hg, Ni, P, V, Zn), & dpt menyebabkan interaksi antara komponen mineral & crucibles



# Pemilihan crucibles : penting, sesuai dgn kebutuhan

---

1. Quartz crucibles → pd suhu tinggi tahan thp asam & halogen, alkali tidak
2. Vycor® brand crucibles → stabil sampai 900°C
3. Pyrex® Goach crucibles → stabil sampai 500°C
4. Porcelain crucibles → hampir sama dgn quartz crucibles, tdk dpt retak krn perubahan temperatur, relatif murah → paling banyak digunakan
5. Steel crucibles → thn thp asam & alkali, murah, tp terdiri dari chromium & nickel (kontaminasi)
6. Platinum crucibles → sangat inert, paling bagus, sangat mahal untuk penggunaan rutin & jumlah sampel yg banyak

# PROSEDUR (AOAC METHODS 900.022 A ATAU B.920.117.923.03)

1. Timbang 5-10 g sampel (y) ke dlm crucibles yg sudah diketahui beratnya (x). Pre-dry jika sampel mengandung kadar air tinggi (basah)
2. Tempatkan crucibles ke dlm tanur dingin. Gunakan penjepit, sarung tangan & pelindung mata jika tanur panas
3. Nyalakan selama 12-18 jam (semalam) pada suhu 550°C.
4. Matikan tanur & tunggu sampai suhu paling tidak suhu 250°C, atau lebih rendah. Buka tanur secara hati-hati u/mencegah kehilangan abu yg koefisien sangat halus (ringan)
5. Dgn menggunakan penjepit safety, pindahkan scr cepat crucibles ke dlm desikator dgn lempeng porcelain & dessicant (silika gel). Tutup crucibles, tutup desikator & biarkan crucibles menjadi dingin, kemudian timbang (z)

## RUMUS PENENTUAN KADAR ABU:

$$\text{Kadar Abu} = \frac{(z - x)}{y} \times 100\%$$

Dimana:

x = berat crusible (g)

y = berat sampel (g)

z = berat crusible dan abu (g)

**Kadar Bahan Organik dapat diukur dengan rumus berikut:**

$$\text{Bahan Organik (BO)} = (\text{Bahan Kering (BK)} - \text{Abu}) \%$$

## Aplikasi Khusus :

- Jika karbon masih ada setelah pembakaran → beberapa tetes  $\text{H}_2\text{O}$  atau  $\text{HNO}_3$   
ditambahkan
- Contoh: pada sampel dgn kandungan gula tinggi
  1. Larutkan abu di dlm air
  2. Saring melalui kertas saring
  3. Keringkan filtrat (abu)
  4. Tempatkan kertas & filtrate kering di  
dlm tanur & dilakukan pengabuan  
ulang

# PENGABUAN BASAH (WET OXIDATION/WET DIGESTION)

---

- **Prinsip** : mengoksidasi substansi organik dgn menggunakan asam nitrat untuk mendestruksi zat organik pada suhu rendah untuk menghindari kehilangan mineral akibat penguapan
- Digunakan untuk menganalisis Arsen, tembaga, timah hitam, timah putih dan seng
- **Keuntungan**
  - mineral tetap dlm bentuk larutan
  - sedikit atau tidak mengalami penguapan (suhu rendah)
  - waktu oksidasi sebentar
  - membutuhkan penutup kepala, hot plate, penjepit panjang & peralatan safety



- **Kerugian** → membutuhkan perhatian lebih
- 
- membutuhkan corrosive agents
  - sampel hanya sedikit pd satu waktu

**Prosedur modifikasi “dry-wet ash oxidation”** → mineral in ready to feed milk based infant formula (**AOAC, Method 985.35**)

## Pereaksi

- $\text{HNO}_3$  Pekat
  - $\text{H}_2\text{SO}_4$  Pekat
- 
- Asam Perklorat
  - Hidrogen Peroksida

## Cara Kerja:

- Pengabuan basah menggunakan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{H}_2\text{SO}_4$
- Pengabuan basah menggunakan  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{HClO}_4$
- Pengabuan basah menggunakan  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dan  $\text{H}_2\text{O}_2$



# PENGUKURAN KADAR ABU YANG LAIN

---

1. Kadar abu yg larut & tidak larut dalam air → bahan tambahan di dlm produk buah-buahan, gula & jellies
2. Kadar abu yg tidak larut dlm asam → untuk menentukan kontaminasi permukaan buah & sayur dgn koatingnya (gandum & beras)
3. Kebasaan abu → kualitas (index) dr buah & jus buah
  - abu dr buah/sayur → basa (alkaline) Ca, Mg, K, Na
  - abu dr daging & cereal → asam (P, S, Cl)

# PENETAPAN FOSFOR METODE MOLIBDAT-VANADAT

Fosfat bereaksi dengan vanadat membentuk senyawa kompleks berwarna kuning. Pencampuran pereaksi vanadat dan molibdat harus dilakukan beberapa hari sebelum digunakan karena sangat cenderung untuk mengendap. Bahan bahan organik yang turut tercampur harus terlebih dahulu dihilangkan agar tidak mengganggu warna yang dihasilkan menggunakan pereaksi pengoksidasi (The tintometer, 1967). Warna kompleks fosfovanadomolibdat lebih stabil dibandingkan warna kompleks biru-molibdem.

- **PENETAPAN FOSFOR METODE MOLIBDAT-VANADAT**

**Perhitungan :**

$$\% \text{ fosfor dlm sampel (P}_2\text{O}_5) = \frac{C \times 2.5}{W}$$

C = konsentrasi fosfor dlm sampel (mg/100 ml) →  
kurva standar

W = berat sampel

# **PENETAPAN MINERAL DENGAN SPEKTROFOTOMETER ABSORPSI ATOM (AAS)**

Digunakan untuk menentukan kadar kalsium, tembaga, besi, magnesium, mangan, kalium, natrium & seng

Prinsip → sesudah pengabuan kering, residu dilarutkan dlm asam encer. Larutan disebarkan dalam nyala api yg ada di dlm alat AAS sehingga absorpsi atau emisi logam dapat dianalisa & diukur pd panjang gelombang tertentu.



# SPEKTROSKOPI SERAPAN ATOM

- Prinsip: absorpsi cahaya oleh atom
- Atom-atom menyerap cahaya pada panjang gelombang tertentu, misal:
  - Natrium menyerap pada 589 nm
  - Kalium: 766,5 nm
  - Uranium: 358,5 nm
- Komponen AAS:
  - Unit atomisasi
  - Sumber radiasi
  - Sistem pengukur fotometrik



**WFX-320 AAS Spectrometer**



**WFX-110A/120A/130A**



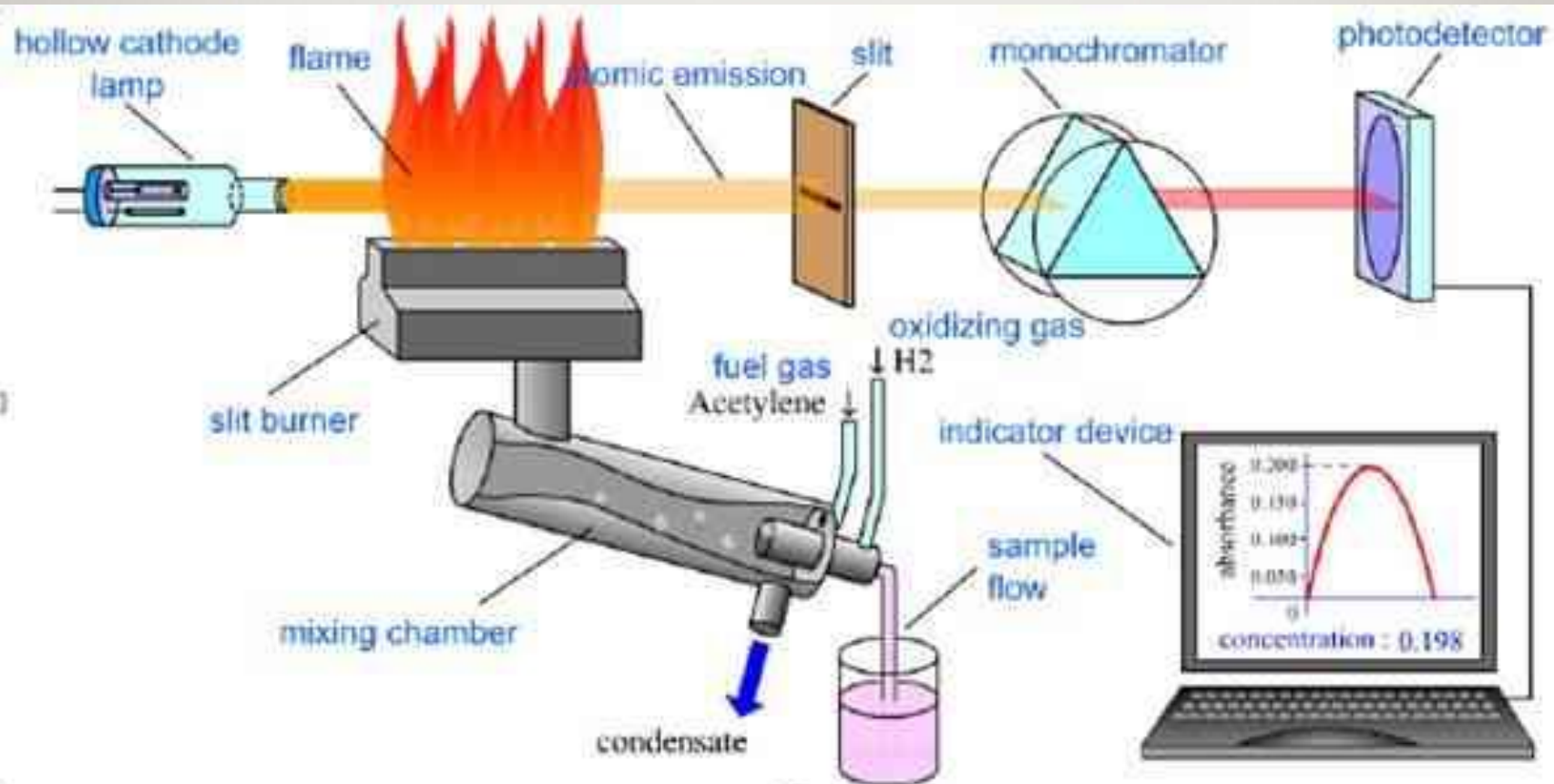
**WFX-110/120/130**



**WFX-210**

Specifications WFX-320 AAS Spectrometer		
Main Specification of	Wavelength range	190-900nm
	Wavelength accuracy	±0.5nm
	Resolution	Two spectral lines of Mn at 279.5nm and 279.8nm can be separated with the spectral bandwidth of 0.2nm and valley-peak energy ratio less than 30%.
	Baseline stability	0.005A/30min
	Background correction	The D2 lamp background correction capability at 1A is better than 30 times.
Light Source System	Lamp number	2 lamps (one preheating)
	Lamp current adjustment	Micro-computer control Adjustment range: 0~20mA,
	Lamp power supply mode	Powered by square pulses
Optical System	Monochromator	Single beam, Czerny-Turner design grating monochromator
	Grating	1800 l/mm
	Focal length	277mm
	Blazed Wavelength	250nm
	Spectral Bandwidth	0.1nm, 0.2nm, 0.4nm, 1.2nm
Detection and Data Processing System	Detector	Photomultiplier with high sensitivity and wide spectral range.
	Electronic and micro-computer system	Light energy and negative high-voltage auto-balance
	Display mode	LED display of energy and measurement values, concentration direct reading
	Read mode	transient, integral, peak height, peak area. Integral or sampling time is in the range of 0.1-19.9s.
	Scale expansion	0.1~99
	Data processing mode	Automatic calculation of mean, standard deviation and relative standard deviation. Repeating number is in the rang of 1-99
	Measurement mode	3~7 standards can be determined for curve fitting. Sensitivity correction available.
	Result printing	Measurement data, working curve, signal profile and analytical conditions can all be printed out.
	Instrument self-check	Check current status of each function key
Flame Analysis	Burner	10cm single slot all-titanium burner
	Spray chamber	All-plastic spray chamber.
	Nebulizer	High efficiency glass nebulizer with metal sleeve.
	Position adjustment	Adjusting mechanism for vertical, horizontal positions and the rotation angle of the burner.
Characteristic Concentration and Detection Limit	Gas line protection	Fuel gas leak alarm
	Air-C2H2 flame	Cu: Characteristic concentration≤0.025mg/L, Detection limit≤0.006mg/L;







- Untuk mengubah unsur metalik menjadi uap atau hasil disosiasi diperlukan energi panas
- Temperatur harus terkendali agar proses atomisasi sempurna
- Ionisasi harus dihindarkan (ionisasi dapat terjadi jika temperatur terlalu tinggi)
- Bahan bakar: propana, butana, hidrogen; sedangkan oksidatornya adalah udara, oksigen,  $N_2O$ , asetilen  
misal:
  - Gas etilen dan oksidator udara  $\rightarrow$  temperatur maksimum  $100^\circ C$
  - Untuk temperatur tinggi biasanya menggunakan  $N:O = 2:1$