

## Uji Presisi Pengukuran Kalsium Pada Air Susu Ibu (ASI) Menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)

\*Titin Aryani<sup>1)</sup>, Dwi Ernawati<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Prodi Teknologi Laboratorium Medis, Fakultas Ilmu Kesehatan Universitas 'Aisyiyah Yogyakarta

<sup>2)</sup>Prodi Kebidanan, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas 'Aisyiyah Yogyakarta,

\*Correspondence author: Titin Aryani, E-mail: [titinaryanipurnama@gmail.com](mailto:titinaryanipurnama@gmail.com), Yogyakarta, Indonesia

### Abstrak

Kalsium merupakan mikronutrien penting dalam ASI. Jumlahnya yang sedikit dan dapat berkurang karena preparasi sampel menjadi sebab perlunya dilakukan uji presisi agar diketahui ketelitian hasil uji laboratorium. Tujuan Penelitian ini adalah mengetahui presisi dalam pengukuran kalsium pada Air Susu Ibu (ASI). Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah eksperimen menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Penelitian dimulai dengan pengumpulan, kategorisasi, preparasi, pengukuran dan pengolahan data hasil penelitian. Perhitungan presisi dilakukan dalam tiga kali pengujian dengan 20 data pada setiap pengujian. Presisi akan dihitung berdasarkan nilai Koefisien Variasi (KV). Hasil Penelitian menunjukkan bahwa rerata hasil pengukuran kalsium ASI pada kelompok uji A, B, dan C adalah 105,408, 104,795 dan 110,032 ppm. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada pengujian kalsium pada kelompok uji A, B dan C diperoleh nilai %KV berturut-turut 0,582, 0,464 dan 0,444% dan nilai 0,67\*KV Horwitz berturut-turut 3197, 5,3185 dan 5,3149. Simpulan, pengukuran kadar kalsium dalam ASI menunjukkan nilai presisi yang baik dengan hasil uji yang memenuhi syarat keberterimaan presisi karena menunjukkan nilai %KV lebih kecil dari nilai 0,6\*KV Horwitz.

Kata kunci: air susu ibu, kalsium, uji presisi

### Abstract

*Calcium is an important micronutrient in breast milk. The number is small and can be reduced due to sample preparation is the reason for the need for precision tests to determine the accuracy of laboratory test results. The purpose of this study was to determine the precision in measuring calcium in breast milk. The method used in this research is an experiment using an Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS). The study began with the collection, categorization, preparation, measurement and processing of research data. The calculation of precision was carried out in three tests with 20 data in each test. Precision will be calculated based on the value of the Coefficient of Variation (KV). The results showed that the average results of calcium measurements in test groups A, B, and C were 105.408, 104.795 and 110.032 ppm. The results showed that in the calcium test in breast milk in test groups A, B and C, the %KV values were 0.582, 0.464 and 0.444%, respectively, and 0.67\*KV Horwitz values were 3197, 5.3185 and 5.3149, respectively. The conclusion of the study is that the measurement of calcium levels in breast milk shows a good precision value with test results that meet the acceptance requirements of precision because it shows the value of %KV is smaller than the value of 2/3\*KV Horwitz.*

*Keywords: breast milk, calcium, precision test*

## PENDAHULUAN

Air Susu ibu merupakan nutrisi utama bagi bayi. Kandungan nutrisi yang terdapat dalam ASI diantaranya adalah karbohidrat, lemak, protein, vitamin dan mineral. Jenis mineral penting yang terdapat dalam ASI adalah kalsium, zink, besi, dan sebagainya (Fitriyanti dkk., 2016). Mineral utama yang terkandung dalam ASI adalah kalsium. Kalsium termasuk sebagai mineral esensial yang diperlukan untuk berbagai kegunaan, seperti pembekuan darah, pembentukan tulang, mengatur kontraksi otot dan katalisator reaksi biologis (Taufik dkk., 2018). Pengukuran kalsium sangat penting dilakukan agar dapat diketahui jumlah kalsium dalam ASI sehingga dapat dipastikan bahwa kebutuhan bayi terhadap mineral tersebut telah terpenuhi.

Kalsium ASI termasuk sebagai *trace element* atau unsur kimia yang jumlahnya sedikit. Mengingat jumlahnya yang sedikit, maka perlu dilakukan tindakan yang berhati-hati saat dilakukan pemeriksaan laboratorium agar tidak menimbulkan hasil yang bias karena berkurangnya jumlah analit oleh perlakuan pra analitik maupun analitik. Di Laboratorium, pemeriksaan kalsium dan zink menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) membutuhkan proses yang relatif rumit dan panjang. Perlu dilakukan perlakuan pra analitik seperti dekstruksi pada sampel ASI sebelum sampel siap dianalisis. Hal ini karena sampel ASI mengandung zat organik seperti protein, lemak dan karbohidrat yang harus dihilangkan agar tidak mengganggu analisis. Perlakuan tersebut jika tidak berhati-hati dapat menyebabkan hilangnya atau berkurangnya analit kalsium pada sampel ASI sehingga hasil yang dilaporkan menjadi kurang valid.

Salah satu upaya yang dilakukan untuk mengetahui validitas hasil pemeriksaan diantaranya dengan menghitung nilai presisi. Presisi menunjukkan ketelitian pada sebuah hasil pemeriksaan laboratorium. Pada penelitian ini akan dilakukan analisis presisi dalam pengukuran kalsium dan zink pada air susu ibu (ASI) sehingga dapat diketahui validitas hasil pemeriksaan laboratorium tersebut.

## **METODE PENELITIAN**

### **Tahapan pengumpulan dan preparasi (destruksi) sampel ASI**

Tahapan pengumpulan dan preparasi (destruksi) sampel dimulai dari mengumpulkan sampel ASI dari responden, kemudian dilanjutkan dengan proses preparasi sampel. Kemudian sampel dikelompokkan menjadi 3 kelompok sampel yaitu A, B, dan C dengan masing-masing kelompok sampel dilakukan 10 kali pengukuran. Preparasi sampel dimulai dengan Sebanyak 20 gram air susu ibu dimasukkan dalam *beaker glass* 100 mL dan ditambahkan dengan sebanyak 30 mL aquadest dan 10 mL HNO<sub>3</sub>(p). Dipanaskan hingga volume menjadi 15-20 mL dan dinginkan. Kemudian disaring dengan kertas saring whatman no.5 dan filtrat siap dianalisis dengan menggunakan alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA).

### **Pembuatan larutan standar kalsium dan pembuatan kurva kalibrasi**

Larutan standar kalsium 1000 mg/L yang telah tersedia dipipet 5,0 mL kemudian diencerkan menjadi 50,0 mL. Kemudian dipipet dengan menggunakan pipet ukur masing-masing 0,50 mL, 1,0 mL, 2,0 mL 4,0 mL dan dicukupkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 N sampai 100,0 mL. Nilai absorbansinya diukur dengan menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 248,3 nm. Kemudian dilakukan pembuatan kurva kalibrasi.

### **Pengoperasian Alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA)**

Lampu katoda dari logam yang akan dianalisis dipasang pada alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) pada posisi 1, alat Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) dihidupkan beserta komputer dan printer, setelah kondisi di atas telah terprogram pada komputer, selanjutnya kompresor dihidupkan. Setelah dioperasikan akan diperoleh data absorbansi sampel yang kemudian dilakukan tahapan perhitungan kadar kalsium dan zink berdasarkan nilai absorbansinya.

### **Perhitungan Kadar Kalsium**

Kadar kalsium dapat diperoleh dengan cara memasukkan nilai absorbansi sampel kedalam persamaan regresi linear yang diperoleh dari pembuatan kurva kalibrasi larutan standar. Persamaan yang digunakan adalah:

$$Y=aX+b$$

Keterangan: Y=Absorbansi sampel, X=konsentrasi sampel,b=intersep, a=slope.

### Perhitungan Nilai Presisi

Presisi pengukuran kuantitatif dapat ditentukan dengan menganalisis contoh berulang-ulang (minimal  $6 \times$  pengulangan), dan menghitung nilai simpangan baku (SD) dan dari nilai simpangan baku tersebut dapat dihitung nilai koefisien variasi (KV)dengan rumus:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$
$$KV(\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Dari nilai KV yang diperoleh dibandingkan dengan KV Horwitz yaitu suatu kurva berbentuk terompet yang menghubungkan reproducibilitas (presisi yang dinyatakan sebagai % KV) dengan konsentrasi analit. Presisi metode analisis diekspresikan sebagai fungsi dari konsentrasi melalui persamaan:

$$KV(\%) = 2^{1-0,5 \log C}$$

Dimana C merupakan fraksi konsentrasi dan dinyatakan sebagai pangkat dari 10. Presisi suatu metode akan memenuhi syarat apabila KV yang diperoleh dari percobaan lebih kecil dari KV Horwitz.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Hasil

#### Uji Presisi Pengukuran Kalsium pada Air Susu Ibu (ASI)

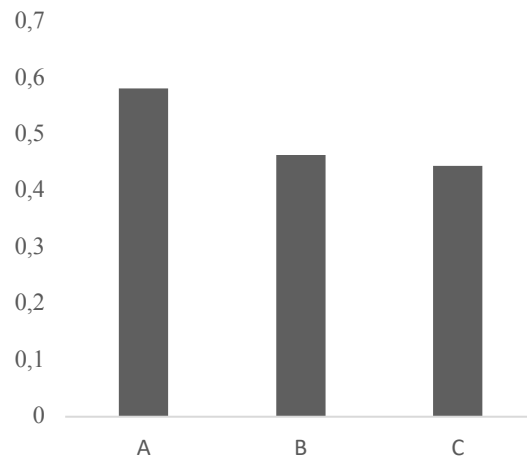
Uji presisi merupakan salah satu uji yang dilakukan dalam upaya kegiatan validasi atau verifikasi metode. Validasi maupun verifikasi metode merupakan persyaratan yang sangat penting dalam jaminan mutu pengujian. Parameter yang digunakan untuk menunjukkan unjuk kerja suatu metode pada umumnya meliputi: akurasi, presisi (*repeatability*), batas deteksi, batas kuantifikasi, linearitas, ketidakpastian, dan parameter statistik lainnya (Örnemark, 2014).

Akurasi suatu pengujian AAS dapat diketahui dengan cara melakukan pengujian terhadap bahan acuan (SRM) yang nilainya tertelusur ke nilai acuan standar seperti NIST atau nilai acuan lain yang diakui (Usman *et al.*, 2017). Menurut ASTM D7740-11, parameter uji validasi metode pengujian kandungan logam dengan nilai presisi internal laboratorium (*repeatability*) dan presisi antar laboratorium (*reproducibility*), nilainya sangat tergantung dari konsentrasi logam dan jenisnya (ASTM, 2016). Menurut Riyanto, pada biasanya kriteria presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV)  $\geq 2\%$  (Riyanto. 2014). Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Hasil uji presisi pengukuran kalsium pada penelitian ini ditampilkan pada Tabel 1.

**Tabel 1. Hasil Uji Presisi Pengukuran Kalsium pada Air Susu Ibu (ASI)**

No	Kelompok Uji	Hasil Uji			Nilai Rujukan %KV	Interpretasi Hasil
		Rerata (ppm)	SD	%KV		
1	A	105,408	0,6132	0,582	Maksimal 2%	Hasil uji presisi baik (diterima)
2	B	104,795	0,4863	0,464	Maksimal 2%	Hasil uji presisi baik (diterima)
3	C	110,032	0,4888	0,444	Maksimal 2%	Hasil uji presisi baik (diterima)
	Rerata	106,745	0,5294	0,497	Maksimal 2%	Hasil uji presisi baik (diterima)

Data pada penelitian ini selanjutnya ditampilkan dalam bentuk grafik untuk memudahkan pengamatan. Grafik yang menggambarkan hasil uji presisi pada kelompok sampel A, B, dan C pada penelitian ini ditampilkan pada Gambar 1.



**Gambar 1. Grafik Perbandingan hasil uji presisi berdasarkan nilai KV pada kelompok sampel A, B, dan C**

Pada penelitian ini, uji presisi dilakukan berdasarkan *repeatability*. Presisi pada penelitian ini diuji dengan cara melakukan pengukuran terhadap 3 kelompok larutan sampel sebanyak 10 kali pengulangan. Keberterimaan presisi berdasarkan *repeatability* dievaluasi dengan membandingkan nilai KV yang diperoleh dengan KV-Horwitz, apabila %KV yang diperoleh lebih kecil dari 0,67 CV-Horwitz maka *repeatability* dapat dinyatakan diterima. Hasil uji keberterimaan presisi pengukuran Kalsium pada ASI ditampilkan opada Tabel 2.

**Tabel 2. Hasil Uji Keberterimaan Presisi Pengukuran Kalsium pada Air Susu Ibu (ASI)**

No	Kelompok Uji	Hasil Uji			Interpretasi Hasil
		SD	KV(%)	0,67*KV Horwitz	
1	A	0,6132	0,582	14,6739	Memenuhi syarat keberterimaan presisi
2	B	0,4863	0,464	14,6741	Memenuhi syarat keberterimaan presisi
3	C	0,4888	0,444	14,6747	Memenuhi syarat keberterimaan presisi
	Rerata	0,5294	0,497	14,6742	Memenuhi syarat keberterimaan presisi

## Pembahasan

Salah satu parameter yang digunakan untuk menilai validitas hasil pemeriksaan diantaranya dengan menghitung nilai presisi. Presisi menunjukkan ketelitian pada sebuah hasil pemeriksaan laboratorium. Pada penelitian ini telah dilakukan analisis presisi dalam pengukuran kalsium pada air susu ibu (ASI) sehingga dapat diketahui validitas hasil pemeriksaan laboratorium tersebut. Untuk menilai presisi atau ketelitian suatu hasil pemeriksaan laboratorium diantaranya menggunakan nilai KV% dimana semakin kecil nilai KV maka semakin presisi atau teliti sebuah hasil pemeriksaan laboratorium. Nilai %KV maksimal yang digunakan pada setiap parameter pengujian bervariasi mulai dari 2-10%. Menurut Riyanto, pada biasanya kriteria presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV)  $\geq 2\%$  (Riyanto, 2014). Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Pada penelitian ini, pemeriksaan kalsium ASI menggunakan nilai %KV maksimal 2% sebagai standar bahwa presisi hasil pemeriksaan masuk dalam kategori presisi bisa diterima atau menunjukkan hasil presisi yang baik.

Pada penelitian ini dilakukan uji presisi pemeriksaan kalsium ASI pada tiga kelompok sampel dengan masing-masing kelompok sampel dilakukan 10 kali pengulangan pengukuran. Hasil yang diperoleh ditampilkan pada Tabel 1. Pada Tabel 1 terlihat bahwa pada semua kelompok sampel yaitu A, B, dan C diperoleh hasil uji presisi dengan nilai %KV yaitu 0,582, 0,464, dan 0,4888. Hasil ini menunjukkan hasil uji presisi yang memenuhi syarat dan masuk kategori presisi baik atau bisa diterima karena nilainya dibawah 2%.

Presisi dipengaruhi oleh kesalahan acak (*random error*), antara lain ketidakstabilan instrumen, variasi suhu atau pereaksi, keragaman teknik dan operator yang berbeda. Presisi dapat dinyatakan dengan berbagai cara antara lain dengan simpangan baku, simpangan rata-rata atau kisaran yang merupakan selisih hasil pengukuran yang terbesar dan terkecil. Nilai presisi dapat memberikan informasi bahwa metode ini dapat digunakan sebagai metode tetap pada laboratorium.

Adanya variasi pada hasil presisi untuk tiga sampel tersebut disebabkan kesalahan acak (ISO/IEC, 2017). Kesalahan ini disebabkan karena adanya faktor yang tidak dapat dikendalikan. Kesalahan acak merupakan kesalahan dalam pengukuran karena gangguan dan

perbedaan kondisi setiap pengukuran hingga menghasilkan angka yang berbeda. Faktor kesalahan acak ini sebenarnya dapat dikurangi dengan melakukan banyak pengulangan pengukuran (Sangita, *et al.*, 2013).

Penelitian ini relevan dengan penelitian yang dilakukan oleh Taufik *et al.* (2018) yang menyatakan bahwa hasil analisis kalsium pada susu segar menunjukkan nilai CV 0,98% atau dibawah 2%. Hasil pada penelitian ini sedikit berbeda dengan yang dilakukan oleh Cahyadi *et al.* (2021) yang menyatakan bahwa hasil uji presisi pemeriksaan kalsium pada pelumas menunjukkan nilai presisi sedikit lebih besar dari 2% yaitu 2,168%. Perbedaan ini dapat disebabkan oleh komponen matrik pada sampel. Matrik juga dapat mempengaruhi pengukuran pemeriksaan (Harmita, 2004). Tetapi berdasarkan beberapa penelitian tersebut terlihat kecenderungan bahwa hasil uji presisi pemeriksaan kalsium berada tidak jauh dari 2%.

Hasil uji keberterimaan presisi pada pengukuran kalsium pada ASI diketahui menunjukkan hasil uji presisi berdasarkan *repeatability* pada tiga kelompok sampel A, B, dan C dapat dinyatakan diterima atau hasilnya memenuhi syarat keberterimaan presisi karena nilainya lebih rendah dari nilai  $0,6 \cdot KV$  Horwitz. Hal ini dibuktikan dengan hasil perhitungan  $0,6 \cdot KV$  Horwitz pada tiga kelompok sampel pada penelitian ini menunjukkan nilai berturut-turut 14,6739, 14,6741 dan 14,6742. Nilai-nilai tersebut lebih besar dari nilai-nilai %KV yaitu 0,582, 0,464, dan 0,488.

## **SIMPULAN**

Pengukuran kadar kalsium dalam ASI menggunakan spektrofotometri serapan atom (AAS) pada penelitian ini menunjukkan nilai presisi yang baik karena nilai %KV dibawah 2% dengan hasil uji yang memenuhi syarat keberterimaan presisi karena menunjukkan nilai %KV lebih kecil dari nilai  $0,6 \cdot KV$  Horwitz

## **REFERENSI**

Cahyadi D, Susilowati E, Arsyansyah M, Hadiwijaya I, Darmana A.O, Manola K.W, dan Desiana R. (2020). Validasi Metoda Pengujian Kandungan Kalsium, Magnesium, dan Seng dalam Pelumas dengan Spektrometri Serapan Atom (SSA) Menggunakan Teknik Pelarutan Langsung oleh Xilena. *Jurnal Standardisasi*, 23(1): 99-106.



- Chaidir, MM., Citrakesumasari dan Devinta, V. (2016). Kosentrasi Mikronutrient Kalsium (Ca) Pada ASI Berdasarkan Determinan Ibu dan Bayi Di Puskesmas Kassi-Kassi.MKMI, *The Indonesian Journal of Public Health*. 2016;7: 34-41.
- Fitriyanti, E., dan Sulistyanyingtyas, S. (2016). Studi Pengaruh Konsumsi Susu Kedelai terhadap Kadar Kalsium dalam ASI (Air Susu Ibu). *Jurnal Keperawatan Intan Husada*, 3(2): 21-29. Juli 2016.
- Gunawan. (2018). Analisis Kadar Zat Besi dalam Air Susu Ibu dengan Menggunakan Metode Spektrofotometri Serapan Atom. *Laporan Tugas Akhir*. Sumatera Utara: Program Studi Diploma 3 Kimia Fakultas Matematika Dan Ilmu Pengetahuan Alam USU.
- Sangita N Waghule, Nitin P. Jain, Chetan J Patani, and Aparana C. Patani. (2013). Method development and validation of HPLC method for determination of azithromycin. *Der Pharma Chemica*. 5(4):166-172.
- Standard Internasional ISO/IEC 17025. (2017). Edisi kedua. Persyaratan Umum Kompetensi Laboratorium Pengujian dan Laboratorium Kalibrasi.
- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 3(1): 117-135.
- Khatimah H., Maddeppungeng M., Aminuddin. (2020). Suplemen Zinc Terhadap Pertumbuhan Bayi Umur 6-9 Bulan. *Journal of Midwifery*, 2(1):1-7. 1 Februari 2021.
- Majiding. (2016). Konsentrasi Mikronutrien Kalsium (Ca) pada ASI Berdasarkan Determinan Ibu dan Bayi Di Puskesmas Kassi-Kassi. Makasar: Program Studi Ilmu Gizi Fakultas Kesehatan Masyarakat Universitas Hasanuddin.
- Nurita, S.R., dan Sari, D.N. (2020). Edukasi Keseimbangan *Foremilk* dan *Hindmilk* ASI pada Ibu Menyusui di Puskesmas Kenali Besar Kota Jambi. *Jurnal Abdimas Kesehatan (JAK)*, 2(3): 210-216. November 2020.
- Paninsari D., dan Nurhayati, E.L. (2020). Pengaruh Keseimbangan *Foremilk* Dan *Hindmilk* dengan Pola Defekasi Bayi yang Mendapatkan Asi Eksklusif di Desa Sukarende. *Jurnal Biologi Lingkungan, Industri, Kesehatan*, 6(2):146-152. 1 Ferbruari 2020.
- Pratama, R.M.K., dan Marlin D. (2021). Kadar Zink ASI pada Ibu Postpartum Minggu Pertama. *Jurnal Akademka Baiturrahim Jambi (JABJ)*, 10(1): 182-186. Maret 2021.
- Rahmayeti L. (2019). Penetapan Kadar Kalsium Beberapa Suplemen Tablet Effervescent yang Beredar Dipasaran dengan Metoda Spektrofotometri Uv-Visibel (Uv-Vis). *Skripsi*. Padang: Sekolah Tinggi Farmasi Indonesia Perintis Padang.
- Sari, S.P., Herayono, F., Amir, A.H. (2021). Hubungan Asupan Nutrisi Ibu Menyusui dengan Kadar Zink Dan Kalsium pada Air Susu Ibu yang Tinggal di Dataran Tinggi dan Dataran Rendah. *Prosiding Seminar Nasional Syedza Sainatika*, Halaman 198-204.
- Sediaoetama AD. (2008). *Ilmu Gizi*. Jakarta: Dian Rakyat. Halaman 9-187.
- Tahir I. (2020). Arti Penting Kalibrasi pada Proses Pengukuran Analitik:Aplikasi pada Penggunaan Phmeter dan Spektrofotometer Uv-Vis. *Paper Seri Manajemen Laboratorium*. Yogyakarta: UGM.
- Taufik M., Seveline, Saputri E.R. (2018). Validasi Metode Analisis Kadar Kalsium pada Susu Segar secara Titrasi Kompleksometri. *Agritech*, 38(2): 187-193.
- Uyan, Z. S., Özek, E., Bilgen, H., Cebeci, D., & Akman, I. (2009). *Effect of foremilk and hindmilk on simple procedural pain in newborns*, 252–257.