

Pengembangan Metode Preparasi Sampel Siomay dalam Analisis Natrium Tetraborat

Sample Preparation Method Development of Siomay in Natrium Tetraborat Analysis

¹Kristal Resa Diena Rahman, ²Anggi Arumsari, ³Diar Herawati

^{1,2,3}*Prodi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung, Jl. Tamansari No. 1 Bandung 40116*

email: ¹kristalressa@yahoo.com, ²anggiarumsari@yahoo.com, ³diarmunawar@gmail.com

Abstract. Methods development qualitative and quantitative analysis of sodium tetraborate in dumpling samples has been done. Methods development performed at the stage of preparation using centrifugation and filtration methods. In the validation method phase, the value of the correlation coefficient obtained 0.992; detection limit value 1.345 ppm; quantitation limit value 4.484 ppm; 104.241% accuracy value; precision value 0.212%. The results of qualitative analysis on 10 samples showed positive results in Sample 1 and Sample 3, and quantitative analysis showed that Sample 1 and Sample 3 contained 60.876 ppm and 40.230 ppm sodium tetraborate.

Keywords: sodium tetraborate, dumplings, centrifuges and filtration.

Abstrak. Telah dilakukan pengembangan metode dan analisis kualitatif dan kuantitatif natrium tetraborat. Pengembangan metode dilakukan pada tahap preparasi yaitu menggunakan metode sentrifugasi dan filtrasi. Pada tahap validasi metode, nilai koefisien korelasi yang didapat 0,992; nilai batas deteksi 1,345 ppm; nilai batas kuantitasi 4,484 ppm; nilai akurasi 104,241%; nilai presisi 0,212%. Hasil analisis kualitatif pada 10 sampel menunjukkan hasil positif pada Sampel 1 dan Sampel 3, dan analisis kuantitatif menunjukkan pada Sampel 1 dan Sampel 3 terdapat natrium tetraborat dengan kadar 60,876 ppm dan 40,230 ppm.

Kata Kunci : Natrium tetraborat, Siomay, Sentrifuga dan Filtrasi.

A. Pendahuluan

Bahan pengawet yang sering disalahgunakan untuk mengawetkan produk makanan, salah satunya siomay adalah natrium tetraborat (boraks). Padahal bahan ini telah dilarang penggunaannya oleh Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 168/MENKES/PER/X/1999 tentang bahan tambahan yang dilarang digunakan dalam makanan karena mempunyai efek yang buruk bagi tubuh.

Dilihat dari penelitian sebelumnya tentang analisis kandungan natrium tetraborat dalam sampel siomay menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak memberikan hasil yang negatif (Gita Pratama, Yudha. "Analisis Kandungan Boraks Dan Formalin Pada Berbagai Jenis Makanan Yang Dijual Di Sekitar Kampus 1 Tamansari - Universitas Islam Bandung, 2011) dan (Silma, Qaffah. "Analisis Kadar Boraks Pada Kurma Yang Beredar Di Pasar Tanah Abang Dengan Menggunakan Spektrofotometri *UV-Vis*, 2013). Penelitian tersebut menggunakan metode pengabuan untuk preparasi sampel dan memberikan hasil yang negatif.

Padahal kasus penyalahgunaan natrium tetraborat dalam produk makanan banyak dilaporkan dalam media massa. Berdasarkan asumsi bahwa siomay merupakan salah satu makanan yang sangat rentan ditambahkan natrium tetraborat, maka dari itu perlu dilakukan pengembangan metode preparasi analisis natrium tetraborat dalam siomay. Metode yang dipilih dalam preparasi sampel pada penelitian ini adalah teknik sentrifugasi dan filtrasi. Selanjutnya sampel dianalisis menggunakan spektrofotometri sinar tampak.

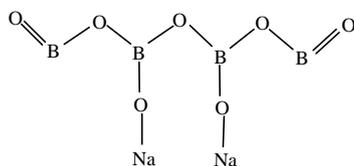
Berdasarkan uraian diatas maka permasalahan utama yang akan dikaji dalam penelitian ini, apakah metode preparasi sampel dengan sentrifugasi dan filtrasi dapat menganalisis kandungan natrium tetraborat menggunakan spektrofotometri sinar tampak dalam siomay dan apakah metode ini memenuhi standar validasi.

Tujuan penelitian ini untuk mengetahui metode sentrifugasi dan filtrasi memberikan hasil validasi yang baik dalam analisis natrium tetraborat pada siomay.

B. Landasan Teori

Bahan tambahan makanan merupakan senyawa atau campuran berbagai senyawa yang sengaja ditambahkan ke dalam makanan dan terlibat dalam proses pengolahan, pengemasan atau penyimpanan, untuk tujuan tertentu dan bukan merupakan bahan utama. Tujuan penambahan bahan tambahan makanan secara umum agar menghasilkan suatu makanan yang lebih baik atau secara nyata mempengaruhi sifat khas makanan tersebut (Winarno, 1994 dan Cahyadi, 2009).

Sifat Fisikokimia Natrium Tetraborat



Gambar 1. Struktur molekul natrium tetraborat

Bahan kimia ini dikenal dengan rumus molekul $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ dengan berat jenis 1,67-1,72 gr/ml dan bobot molekul 381,37. Natrium tetraborat merupakan hablur transparan tidak berwarna atau serbuk hablur putih dan tidak berbau. Natrium tetraborat akan cepat terabsorpsi oleh tubuh dan memiliki afinitas yang besar terhadap hati, otak, ginjal sehingga dapat terakumulasi pada organ tersebut. Oleh karena itu

natrium tetraborat dimasukkan dalam golongan senyawa yang karsinogenik dan berbahaya.

C. Metodologi Penelitian

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui dan mengembangkan teknik preparasi sampel siomay dalam analisis natrium tetraborat sebelum diuji menggunakan spektrofotometri sinar tampak.

Langkah pertama dalam penelitian ini dimulai dengan pengumpulan sampel. Sampel yang diambil di wilayah Kecamatan Coblong Bandung. Kemudian sampel tersebut di preparasi menggunakan metode sentrifugasi dan filtrasi dengan kertas Whatman no.40.

Selanjutnya hasil dari preparasi sampel dianalisis dengan pengujian kualitatif menggunakan uji nyala api dan uji kertas kurkumin. Kemudian dilanjutkan dengan pengujian kuantitatif menggunakan instrumen spektrofotometri sinar tampak.

Pengujian selanjutnya yaitu pengujian validasi metode analisis untuk mengetahui kedekatan hasil yang didapat dengan hasil yang sebenarnya. Pengujiannya meliputi linieritas, batas deteksi, batas kuantitas, akurasi, presisi.

D. Hasil dan Pembahasan

Pada tahap awal penelitian ini dilakukan pengumpulan sampel siomay yang dijual di sekitar wilayah Kecamatan Coblong Bandung yang beresiko mengandung natrium tetraborat. Sampel yang diambil harus baru dan segar.

Pengembangan metode ini bertujuan untuk mendapatkan hasil sampel yang benar-benar mengandung natrium tetraborat. Pengembangan metode menggunakan sentrifugasi yang dilakukan sebanyak 3 kali pemutaran dengan kecepatan 2500 rpm selama 10 menit kemudian dilakukan filtrasi untuk menghilangkan kotoran dan menghilangkan kandungan protein yang kemungkinan terdapat pada sampel. Sehingga diperoleh hasil supernatan berwarna bening yang diduga mengandung natrium tetraborat sehingga dapat diidentifikasi.

Preparasi sampel menggunakan blender dengan pelarut akuades. Diharapkan natrium tetraborat akan terlarut dalam pelarut akuades sesuai dengan kelarutan natrium tetraborat yang larut akuades dan dalam 20 bagian air. Metode pengembangan sentrifugasi dipilih karena metode yang mudah, efektif dan alat yang lebih sederhana.

Hasil pengembangan metode preparasi setelah diuji dengan semua prosedur menghasilkan sampel positif mengandung natrium tetraborat dan hasilnya sesuai dengan standar hasil dari persyaratan metode validasi analisis. Artinya pengembangan metode ini dapat dilakukan untuk pengujian analisis natrium tetraborat pada siomay, dibandingkan dengan hasil penelitian sebelumnya yang menggunakan metode pengabuan yang memberikan hasil negatif pada setiap sampel.

Kemudian dilakukan uji kualitatif untuk identifikasi kandungan natrium tetraborat yang terdapat dalam masing-masing sampel siomay.

Tabel 1. Analisis kualitatif sampel siomay

No.	Sampel	Uji Nyala Api	Uji Warna Kertas dengan kurkumin
1.	Sampel 1	+	+
2.	Sampel 2	-	-
3.	Sampel 3	+	+
4.	Sampel 4	-	-
5.	Sampel 5	-	-
6.	Sampel 6	-	-
7.	Sampel 7	-	-
8.	Sampel 8	-	-
9.	Sampel 9	-	-
10.	Sampel 10	-	-

Berdasarkan pengujian pada 10 sampel siomay, diperoleh 2 hasil yang positif mengandung natrium tetraborat yaitu pada sampel 1 dan sampel 3. Hal ini dapat dilihat pada uji nyala api yang memberikan warna nyala api hijau setelah dibakar dengan etanol dengan terbentuknya etilborat yang menandakan positif mengandung natrium tetraborat. Kemudian pada uji kertas kurkumin, sampel yang positif natrium tetraborat akan berubah warna menjadi merah kecoklatan pada kertas yang awalnya berwarna kuning. Hal ini karena terbentuknya kelat senyawa kompleks rososianin yang menandakan natrium tetraborat bereaksi dengan pereaksi kurkumin. Kadar natrium yang terdapat pada sampel 1 sebesar 60,876ppm dan sampel 3 sebesar 40,230ppm. Artinya kadar tersebut dapat menyebabkan keracunan, dilihat konsentrasi yang menyebabkan keracunan sebesar 20-150ppm

Kemudian dilakukan validasi metode analisis untuk mengetahui hasil kadar yang diperoleh dengan hasil kadar sebenarnya. Sebelumnya ditentukan terlebih dahulu penentuan panjang gelombang absorbansi maksimum sebesar 546 nm.

Tabel 2. Hasil kurva kalibrasi kompleks rososianin

Konsentrasi	Absorbansi
20 ppm	0,255
30 ppm	0,361
40 ppm	0,488
50 ppm	0,591
60 ppm	0,649
70 ppm	0,733

Hasil uji linieritas ditentukan dari deret konsentrasi yang dibuat untuk kurva kalibrasi adalah 20; 30; 40; 50; 60; 70 ppm dan diukur pada panjang gelombang 546 nm. Hasil kurva kalibrasi kompleks rososianin didapat persamaan regresi $y = 0,0812 + 0,00959x$ dengan nilai $(r) = 0,9929$.

Hasil yang diperoleh pada penelitian ini untuk nilai LOD (batas deteksi) sebesar 1,345ppm dan nilai LOQ (batas kuantitas) sebesar 4,484ppm.

Hasil akurasi untuk melihat persen perolehan kembali yang diperoleh dalam penelitian ini sebesar 104,241%. Hal ini sesuai dengan syarat yang ditentukan yaitu 80-120%.

Tabel 3. Hasil Akurasi

Konsentrasi	Absorbansi	Kadar Hasil Hitung	Perolehan kembali (%)	Rata-rata (%)
20 ppm	0,287	21,459	107,299 %	107,299 %
	0,287	21,459	107,299 %	
	0,287	21,459	107,299 %	
40 ppm	0,473	40,855	102,138 %	102,051 %
	0,473	40,855	102,138 %	
	0,472	40,751	101,877 %	
60 ppm	0,676	62,023	103,372 %	103,372 %
	0,676	62,023	103,372 %	
	0,676	62,023	103,372 %	
				$\bar{x} = 104,241$

Hasil uji presisi yang diperoleh sebesar 0,212%. Hal ini sesuai dengan syarat koefisien kurang dari 2%.

Tabel 4. Hasil Presisi

Konsentrasi	Absorbansi	Xn	Xn - X ₁	(Xn - X ₁) ²
40 ppm	0,497	43,358	0,278	0,077
	0,497	43,358	0,278	0,077
	0,498	43,462	0,382	0,146
	0,491	42,732	-0,348	0,121
	0,497	43,358	0,278	0,077
	0,486	42,211	-0,869	0,755
				$\bar{x} = 0,209$
				SD = 0,091
				RSD = 0,212 %

Dari semua parameter uji validitas menunjukkan bahwa semua metode ini valid dan memberikan kedekatan hasil yang sesuai sehingga pengembangan metode preparasi ini cocok untuk menguji kandungan natrium tetraborat dalam makanan terutama siomay.

E. Kesimpulan

Pengembangan metode preparasi sampel siomay memberikan hasil yang memenuhi standar persyaratan validasi metode analisis. Hasil validasi yang telah dilakukan diperoleh hasil linieritas dengan rentang konsentrasi 20,30,40,50,60,70 ppm didapat nilai koefisien korelasi (r) 0,9929. Nilai batas deteksi sebesar 1,345 µg/ml dan

nilai batas kuantitas sebesar 4,484 µg/ml. Rata-rata persen perolehan kembali dari sampel simulasi siomay diperoleh nilai sebesar 104,241%. Nilai presisi yang diperoleh 0,212%.

Berdasarkan hasil pengujian terdapat 2 sampel siomay yang positif mengandung natrium tetraborat. Nilai kadar yang diperoleh dari 2 sampel siomay yang positif mengandung natrium tetraborat sebesar 60,876 µg/ml dan 40,230 µg/ml. Artinya kadar tersebut dapat menyebabkan keracunan, dilihat dari konsentrasi yang menyebabkan keracunan sebesar 20-150 µg/ml.

F. Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang kandungan natrium tetraborat dengan menggunakan metode lain seperti spektrofotometri yang diderivatisasi dan dilakukan analisis kandungan bahan tambahan makanan lain pada siomay baik pengawet maupun pengental lainnya.

Daftar Pustaka

- Badan Pengawasan Obat dan Makanan, 2000a, *Identifikasi Borat dalam Makanan (02/MM/00)*. Metode Analisis PPOM 2000. Pusat Pengujian Obat dan Makanan Nasional.
- Badan Pengawasan Obat dan Makanan, 2000c, *Penetapan Kadar Borat dalam Makanan (07/MM/00)*. Metode Analisis PPOM 2000. Pusat Pengujian Obat dan Makanan Nasional.
- Badan Pengawasan Obat dan Makanan. 2004. *Foodwatch – Sistem Keamanan Pangan Terpadu, Bahan Tambahan Ilegal Boraks, Formalin dan Rhodamin B*. Badan POM dan 24 Balai POM.
- Cahyo Hidayanti, Cahyo Saparinto. 2006. *Bahan Tambahan Pangan*. Penerbit Kanisius, Yogyakarta.
- Depkes RI. 1979. *Farmakope Indonesia Edisi III*. Departemen Kesehatan R.I. Jakarta.
- Depkes RI. 1995. *Farmakope Indonesia Edisi IV*. Departemen Kesehatan R.I. Jakarta.
- Djamhuri, Agus. 2009. *Racun dalam Makanan*. Surabaya: Airlangga University Press
- Dreisbach, R.H. . 1974. *Handbook of Poisoning, 8th ed.* Lange Medical Publication, Los Altos, California; 314-315.
- Flanaga, R.J., Braithwaite, R.A., Brown, S.S., Widdop, B., deWolff, F.A. 1995. *Basic Analytical Toxicology*, World Health Organization. Geneva; 85.
- Haddad, L.M., Winchester, J.F. 1990. *Borates on Clinical Management of Poisoning and Drug Overdose*. WB Saunders Co. Philadelphia-London-Montreal- Toronto-Sydney- Tokyo. 1447-1449.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Makalah Ilmu Kefarmasian. Vol. I, No. 3 117-135.
- Harmita, APT. 2006. *Analisa Fisikokimia*. UI Press. Jakarta. Hal 144-152.
- Gandjar, Ibnu Gholib, dan Abdul Rohman. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar
- Gandjar, I.B. (2012). *Analisis obat secara Spektrofotometri dan Kromatografi*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Gita Pratama, Yudha. 2011. *Analisis Kandungan Boraks dan Formalin Pada Berbagai Jenis Makanan Yang Dijual Di Sekitar Kampus 1 Taman Sari-Universitas Islam*

- Bandung [SKRIPSI]. Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung.
- Goodman, LS., Gilman, A. 1975. *The Pharmacological Basis of Therapeutics 5th ed.* Macmillan Publishing Co.,Inc,NY.; 994 – 995.
- Gosselin, R.E.,Smith,Robert P.,Hodge,H.C.,*Clinical Toxicology of Commercial Products, 5th ed.* London.66-68.
- Lu, F.C. 2010. *Toksikologi Dasar.* Penerbit Universitas Indonesia Press, Jakarta Macmillan Publishing Co.,Inc,NY.1975; 994 – 995.
- Menteri Kesehatan Republik Indonesia.1999. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 1168/Menkes/Per/X/1999 Tentang Perubahan Atas Peraturan Dan Bahan Tambahan Pangan Yang Dilarang.
- Menteri Kesehatan Nomor 722/Menkes/Per/IX/1988 Tentang Bahan Tambahan Makanan. Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Panjaitan, Labora. 2010. Pemeriksaan dan Penetapan Kadar Boraks Dalam Bakso di Kota Madya Medan. Artikel Penelitian Fakultas Farmasi. Universitas Sumatera Utara. Medan.
- Pudjaatmaka, A Handiyana. 2002. *Kamus Kimia.* Penerbit Balai Pustaka. Jakarta.
- Puspita, N.L. 1997. *BTP, Manfaat dan Resiko Penggunaannya.* Pelatihan Pengendalian Mutu dan Keamanan Pangan Bagi Staf Pengajar, Bogor.
- Robinson J.R. 1975. *Fundamental Of Acid-Base Regulation,5th edition.* Oxford:Blackwell
- Roth, H.J. 1978. *Pharmaceutische Analytic.* Georgethime Verlag. Sutgart. Hal 22-23.
- Rusli, Raisani. 2009. *Penetapan Kadar Boraks Pasa Mie Basah Yang Beredar Di Pasar Ciputat Dengan Metode Spektrofotometri UV-VIS Menggunakan Pereaksi Kurkumin [SKRIPSI].* Program Studi Farmasi. Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan. Universitas Islam Negeri (UIN) Syarif Hidayatullah.
- Silma Azas, Qaffah. 2013. *Analisis Kadar Boraks Pada Kurma Yang Beredar Di Pasar Tanah Abang Dengan Menggunakan Spektrofotometri UV-VIS [SKRIPSI].* Program Studi Farmasi. Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan. Universitas Islam Negeri (UIN) Syarif Hidayatullah.
- Svehla, G. 1985. *Vogel Analisis Anorganik Kualitatif Edisi V.* Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- Sunardi. 2004. Diktat Kuliah Cara-Cara Pemisahan. Departemen Kimia FMIPA UI. Depok
- Sugiyatmi, Sri. 2006. *Analisis Faktor-Faktor Risiko Pencemaran Bahan Toksik Boraks Dan Pewarna Pada Makanan Jajanan Tradisional Yang Dijual Di Pasar-PasarKota Semarang Tahun 2006 [TESIS],* Program Pasca Sarjana Universitas Diponegoro, Semarang.
- Tahir I. 2008. *Arti Penting kalibrasi Pada Proses Pengukuran Analitik: Aplikasi*
- Veprati,2007. *Dasar Teknologi Pembuatan Dendeng dan Bakso.* Universitas Sebelas maret. Surakarta.
- Winarno, FG. 1992. *Kimia Pangan dan Gizi.* PT Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.
- Winarno, F.G.,Sulistyowati, Titi. 1994. *Bahan Tambahan untuk Makanan dan Kontaminan.* Pustaka Sinar Harapan. Jakarta.; 104-105, 108.
- Windholz, Martha, et el.*The Merck Index,10th ed.* Merck & Co, Inc. New York, USA.1983; 255 – 257.