

Pengembangan Metode Deteksi Pemutih Makanan Kalsium Hipoklorit dan Hidrogen Peroksida yang Bersifat Oksidator Menggunakan Ekstrak Petal Kembang Sepatu (*Malvaviscus arboreus* Cav.) Secara Carik Uji dan Spektrofotometer UV-Visible

The Development of Bleaching Food Detection Methods of Hypochlorite Calcium and Hydrogen Peroxide Oxidator using Petal Kembang Sepatu Extract (*Malvaviscus arboreus* Cav.) by Test Samples and Spektrofotometer UV-Visible

¹RicaRahim, ²NetyKurniaty, ³Amir Musadad Miftah

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

email: ¹rica287@yahoo.com, ²netykurniaty@yahoo.com, ³amir.musadad.miftah@gmail.com

Abstract. In this research detection methods of food bleach using petal of *Malvaviscus arboreus* extract in strip test and spectrophotometer UV-Visible is developed. The aim of this research is to develop methods of detection oxidising food bleach residues in strip test and spectrophotometer with a low detection limit. The optimum flower extract concentration as reagents based on optimization phase is 0.1%. The best strip test is made with nylon yarn of 0.83 grams in 5 mL of 98% formic acid with power absorption of reagent 88.47%. The resulting strip test has a detection limit of 7 ppm for calcium hypochlorite and 500 ppm for the hydrogen peroxide, can be stored for less than 7 days and can detect the presence of calcium hypochlorite and hydrogen peroxide residues in a sample simulation. Using the strip test 3 out of 4 test samples is indicated the residual oxidising of bleach. The method of detection using spectrophotometer is validated because the value of accuracy, precision and linearity meet the acceptance criteria of validation methods. The limit of detection calcium hypochlorite is 0.6886 ppm and hydrogen peroxide is 472.028 ppm. The storage of the flower extract should be in a brown bottle so that stability is maintained. The test sample simulation using spectrophotometer shows that bleach residue for both calcium hypochlorite or hydrogen peroxide are detected.

Keywords: Bleach Food, Strip Test, Spectrophotometer UV-Visible.

Abstrak. Pada penelitian ini dilakukan pengembangan metode deteksi pemutih makanan bersifat oksidator menggunakan ekstrak petal *Malvaviscus arboreus* secara carik uji dan spektrofotometer UV-Visible. Penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan metode deteksi residu pemutih makanan bersifat oksidator secara carik uji dan spektrofotometer dengan batas deteksi yang rendah. Konsentrasi ekstrak bunga yang optimal sebagai pereaksi berdasarkan tahap optimasi yaitu 0,1%. Carik uji yang paling baik yaitu yang dibuat dengan jumlah benang nilon 0,83 gram dalam 5 mL asam format 98% dengan daya absorpsi reagen 88,47%. Carik uji yang dihasilkan memiliki batas deteksi kalsium hipoklorit 7 ppm dan hidrogen peroksida 500 ppm, dapat disimpan kurang dari 7 hari dan dapat mendeteksi adanya residu kalsium hipoklorit dan hidrogen peroksida dalam sampel simulasi. Pengujian 4 sampel uji dengan carik uji menunjukkan bahwa 3 sampel terdeteksi adanya residu pemutih oksidator, 1 sampel tidak terdeteksi. Metode deteksi residu pemutih makanan bersifat oksidator menggunakan spektrofotometer tervalidasi karena nilai akurasi, presisi dan linearitas memenuhi kriteria penerimaan validasi metode. Batas deteksi kalsium hipoklorit yaitu 0,6886 ppm dan hidrogen peroksida yaitu 472,028 ppm. Penyimpanan ekstrak bunga sebaiknya pada botol coklat agar kestabilannya terjaga. Pengujian sampel simulasi dengan menggunakan spektrofotometer menunjukkan bahwa residu pemutih baik kalsium hipoklorit maupun hidrogen peroksida terdeteksi.

Kata Kunci: Pemutih makanan, Carik Uji, Spektrofotometer UV-Visible.

A. Pendahuluan

Makanan dapat menjadi rusak atau busuk karena beberapa penyebab diantaranya adalah kadar air yang terkandung di dalamnya memicu adanya aktifitas mikroba di dalam bahan makanan. Salah satu contohnya adalah perubahan warna beras menjadi kuning kehitaman. Cara pencegahan dan penanganan beras rusak yaitu dengan mengontrol suhu, kadar air, oksigen, menerapkan cara pasca panen yang baik, menerapkan cara penyimpanan yang baik dan higienis, menggunakan BTM yang benar. Namun sering ditemui adanya penyalahgunaan bahan kimia untuk menangani kerusakan beras sehingga warna beras menjadi lebih putih yaitu penggunaan zat pemutih bersifat oksidator seperti kalsium hipoklorit, dan hidrogen peroksida.

Kalsium hipoklorit dan hidrogen peroksida tidak tercatat sebagai Bahan Tambahan Pangan kelompok perlakuan tepung dalam hal ini sebagai pemutih dan pematang tepung pada Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 033 Tahun 2012. Selain itu menurut Peraturan Menteri Pertanian No. 32/Permentan/OT.140/3/2007, klorin dan derivatnya tercatat sebagai bahan kimia berbahaya yang dilarang untuk digunakan dalam proses penggilingan padi, *huller* dan penyosohan beras.

Pada penelitian ini dilakukan pengembangan metode deteksi pemutih makanan bersifat oksidator pada beras berdasarkan reaksi reduksioksidasi menggunakan carik uji dan spektrofotometer untuk melengkapi metode-metode yang telah dikembangkan sebelumnya. Pengembangan metode dalam penelitian ini menggunakan antosianin dalam ekstrak petal kembang sepatu (*Malvaviscus arboreus* Cav.) sebagai pereaksi.

Tujuan dari penelitian ini yaitu menemukan metode deteksi pemutih makanan bersifat oksidator menggunakan carik uji dan spektrofotometer dengan batas deteksi yang rendah.

B. Landasan Teori

Antosianin merupakan senyawa berwarna yang bertanggung jawab untuk kebanyakan warna merah, biru, ungu pada buah, sayur dan tanaman hias. Senyawa ini termasuk dalam golongan flavonoid dengan struktur utama yang ditandai dengan adanya dua cincin aromatik benzena (C_6H_6) yang dihubungkan dengan tiga atom karbon membentuk cincin (Andarwulan dkk, 2012: 28).

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Ramos, dkk (2005) antosianin dalam ekstrak bunga dapat digunakan sebagai pereaksi dalam deteksi pemutih bersifat oksidator. Metode ini didasarkan pada perubahan warna antosianin dalam ekstrak bunga pada suasana asam akibat adanya reaksi reduksi oksidasi.

Poliamida atau nilon merupakan polimer kristal memiliki elastisitas yang tinggi, kuat, koefisien gesekan rendah, dan tahan terhadap abrasi (Charles A. H, 2000).

Metode analisis dengan Spektrofotometer *UV-Visibel* adalah metode analisis fisika kimia yang mengamati tentang interaksi atom atau molekul dengan radiasi elektromagnetik (Mulja & Suharman, 1995).

C. Hasil Penelitian dan Pembahasan

Tahapan awal dalam penelitian ini adalah penyiapan sampel simulasi yaitu beras berpemutih. Penyiapan sampel dilakukan dengan memutihkan beras dilanjutkan dengan evaluasi beras yang telah diputihkan.

Pengembangan, Validasi serta Pengujian Sampel dengan Metode Deteksi Berdasarkan Reaksi Reduksi Oksidasi

Tahap awal penelitian ini dilakukan penyiapan pereaksi dengan melarutkan ekstrak kembang sepatu dalam dapar asam klorida pH 2 dan dilakukan optimasi ekstrak bunga terhadap kalsium hipoklorit dan hidrogen peroksida. Hasilnya konsentrasi ekstrak bunga yang optimal yaitu 0,1% karena pada konsentrasi tersebut, ekstrak bunga sebagai pereaksi dapat mendeteksi kalsium hipoklorit dengan konsentrasi 10 ppm dan hidrogen peroksida dengan konsentrasi 1000 ppm dengan waktu kurang dari 5 detik.

Setelah didapat konsentrasi pereaksi yang optimal, selanjutnya dibuat membran untuk carik menggunakan benang nilon dengan jumlah yang berbeda-beda. Formulasi membran nilon untuk carik uji dapat dilihat pada **Tabel 1**. Proses pembuatan membran nilon diawali dengan menggantung benang nilon menjadi potongan-potongan yang sangat pendek, lalu ditimbang dan dilarutkan dengan asam format dengan jumlah yang tertera pada **Tabel 1**, diaduk sampai homogen.

Membran yang telah homogen kemudian dicetak pada plat kaca didiamkan terlebih dahulu untuk menghilangkan gelembung, dimasukkan kedalam bak koagulasi berisi air dan didiamkan sampai membran memisah sendiri dari plat kaca. Membran yang dihasilkan kemudian dipotong-potong dan dilakukan absorpsi reagen. Absorpsi reagen pada membran dilakukan selama 2 jam. Selanjutnya ditentukan daya absorpsi masing-masing membran. Hasilnya, daya absorpsi berbeda-beda pada setiap formula membran yang dapat dilihat pada **Tabel 1**.

Tabel 1. Formula Membran nilon untuk Carik uji dan Daya absorpsi membran

Formula	Jumlah nilon (gram)	Jumlah asam format (mL)	Daya absorpsi (%)
1	1,25	5	72,022
2	1	5	67,09
3	0,83	5	88,47
4	0,625	5	64,74

Morfologi membran dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu konsentrasi polimer, pengaruh komposisi bak koagulasi, waktu penguapan (Kesting, 1971), variasi komposisi pelarut (Wenten, 2000) dan penambahan zat aditif (Idris *et al.*, 2008). Membran yang sudah mengabsorpsi reagen kemudian ditempelkan pada penyangga sehingga dihasilkan carik uji.

Carik uji yang telah dihasilkan selanjutnya divalidasi meliputi uji limit deteksi dan uji *lifetime*. Pengujian limit deteksi carik uji bertujuan untuk mengetahui konsentrasi terkecil pemutih yang masih dapat dideteksi oleh carik uji. Hasilnya limit deteksi carik uji untuk kalsium hipoklorit yaitu 7 ppm dan untuk hidrogen peroksida 500 ppm.

Pengujian *lifetime* carik uji bertujuan untuk melihat ketahanan reagen pada membran pada saat disimpan dalam botol bening, botol berlapis aluminium dan botol coklat. Hasilnya pada hari ke 7 carik uji yang disimpan pada ketiga jenis botol tersebut mengalami perubahan warna (memudar).

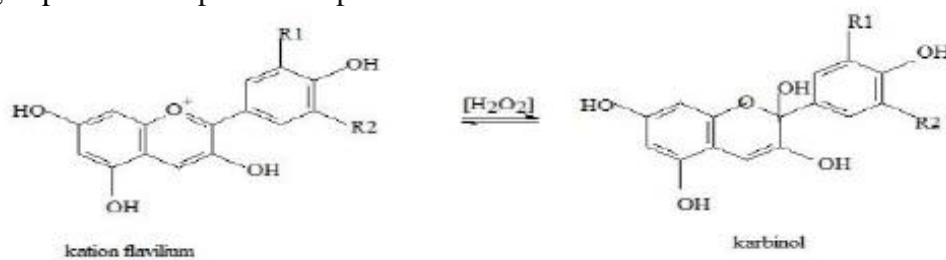
Carik uji yang telah divalidasi, diuji pada sampel simulasi. Sampel simulasi

yaitu beras yang sebelumnya telah diputihkan dengan kalsium hipoklorit dan hidrogen peroksidadibilas dengan *aquadest* dan disaring kemudian di uji. Dari hasil pengujian menunjukkan bahwa pada sampel simulasi terdeteksi adanya pemutih yang ditunjukkan dengan perubahan warna pada carik uji yaitu warna pada carik hilang. Selain itu juga dilakukan pengujian terhadap 4 sampel beras yang didapat dipasar Cikutra. Hasilnya dari keempat sampel, 3 sampel terdeteksi adanya residu pemutih dan 1 sampel tidak terdeteksi.

Pengembangan, Validasi serta Pengujian Metode Deteksi Menggunakan Spektrofotometer UV-Visible

Pengembangan metode deteksi pemutih bersifat oksidator dengan spektrofotometer *UV-Visible* juga menggunakan ekstrak petal kembang sepatu. Tahapan ini diawali dengan penentuan panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum. Ekstrak bunga yang telah disiapkan pada tahapan sebelumnya dibuat dengan konsentrasi 0,1% dalam dapar asam klorida pH 2 kemudian ditetapkan panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum. Hasil pengujian menunjukkan ekstrak bunga dengan konsentrasi 0,1% pada panjang gelombang 500 nm memberikan serapan maksimum.

Kemudian ditentukan kurva kalibrasi yang merupakan hubungan antara pemutih yaitu kalsium hipoklorit dan hidrogen peroksida yang dibuat pada 6 konsentrasi dan telah direaksikan dengan ekstrak bunga 0,1% dengan absorbansi yang dihasilkan oleh masing-masing larutan tersebut. Dari hasil pengukuran absorbansi menunjukkan semakin tinggi konsentrasi pemutih yang direaksikan dengan ekstrak bunga maka semakin menurun nilai absorbansi yang dihasilkan. Hal ini terjadi karena pemutih yang direaksikan tersebut bersifat oksidator dimana reaksi yang terjadi antara pemutih dan ekstrak bunga adalah reaksi oksidatif yaitu penyerangan gugus reaktif zat warna pada ekstrak bunga oleh oksidator. Gugus reaktif yang bersifat memberi warna berubah menjadi tidak berwarna. Adanya oksidator dalam larutan menyebabkan ekstrak bunga yang mengandung antosianin dalam bentuk kation flavilium yang berwarna merah kehilangan proton dan berubah menjadi karbinol (Markakis, 1982). Perubahan kation flavilium menjadi karbinol oleh oksidator salah satunya hidrogen peroksida dapat dilihat pada **Gambar 1** berikut:



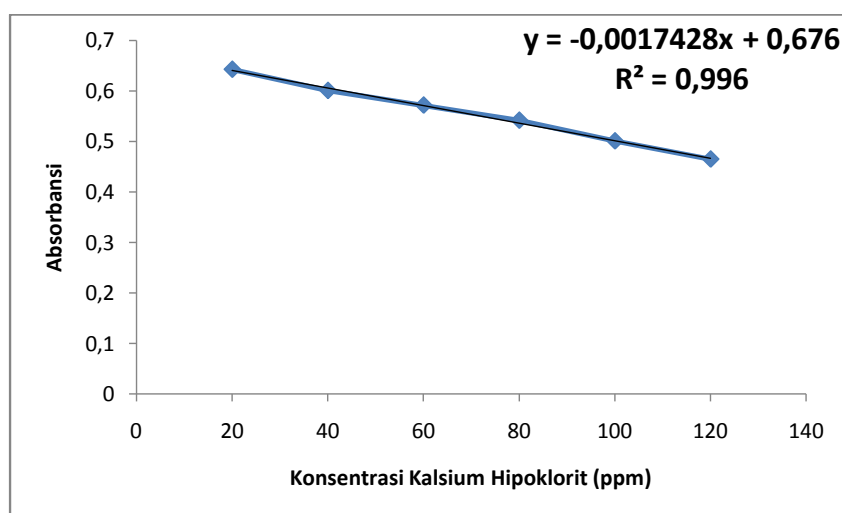
Gambar 1. Perubahan kation flavilium menjadi karbinol

Hasil hubungan antara absorbansi dengan enam konsentrasi pemutih yang telah direaksikan dengan ekstrak bunga 0,1% dapat dilihat pada **Gambar 2** dan **Gambar 3**.

Tahapan selanjutnya yaitu validasi metode analisis meliputi penentuan akurasi, presisi, linearitas serta batas deteksi dan batas kuantitasi. Penentuan akurasi bertujuan untuk melihat tingkat kedekatan hasil pengujian metode dengan dengan nilai yang sebenarnya. Hasilnya % perolehan kembal yang didapat untuk kalsium hipoklorit yaitu 104,717; 96,827; 99,138% dan untuk hidrogen peroksida 94,114; 103,147; 97,902%.

Hasil ini menunjukkan nilai akurasi memenuhi syarat karena masih berada pada rentang 80%-120% (Ahuja, S., dan Dong, M. W., 2005).

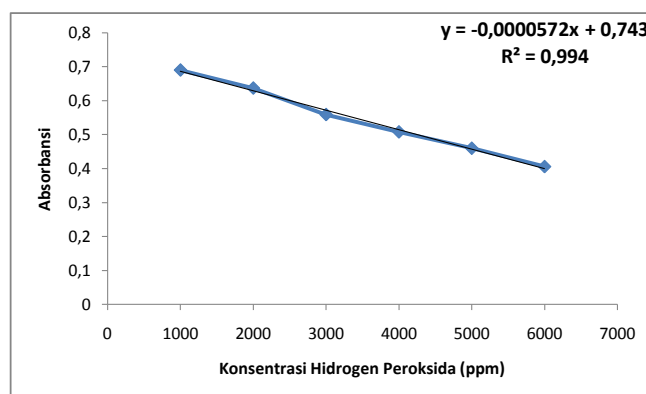
Penentuan presisi bertujuan untuk melihat tingkat kesesuaian antara hasil analisis individual jika prosedur dilakukan berulang kali terhadap beberapa sampel homogen. Hasilnya simpangan baku relatif yang didapat untuk kalsium hipoklorit yaitu 1,964% dan untuk hidrogen peroksida 1,613%. Hasil ini menunjukkan nilai akurasi memenuhi syarat karena nilainya $\leq 20\%$ (Ahuja, S., dan Dong, M. W., 2005).



Gambar 2 Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi kalsium hipoklorit setelah direaksikan dengan ekstrak bunga 0,1%

Pada penentuan linearitas didapat nilai koefisien korelasi (r^2) masing-masing 0,996 untuk kalsium hipoklorit dan 0,994 untuk hidrogen peroksida, dimana nilai koefisien yang diperoleh menunjukkan hasil yang baik karena mendekati nilai 1 dan masih berada pada rentang kriteria penerimaan yaitu $\geq 0,98$. Selain itu dari penentuan linearitas didapat nilai koefisien variansi regresi linier (V_{x0}) yaitu 3,279% untuk kalsium hipoklorit dan 4,49% untuk hidrogen peroksida, dimana nilai tersebut berada pada rentang kriteria penerimaan yaitu $\leq 5,0\%$ (Ahuja, S., dan Dong, M. W., 2005).

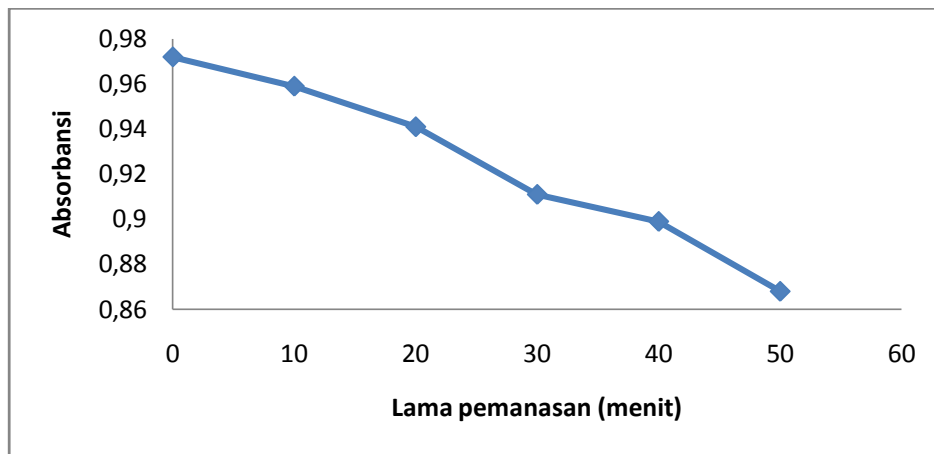
Penentuan limit deteksi bertujuan untuk mengetahui batas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi. Hasilnya limit deteksi untuk kalsium hipoklorit yaitu 6,886 ppm dan untuk hidrogen peroksida 472,028 ppm.



Gambar 3 Hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi Hidrogen Peroksida setelah direaksikan dengan ekstrak bunga 0,1%

Penentuan limit kuantitasi bertujuan untuk mengetahui batas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi dan juga memenuhi kriteria cermat dan seksama. Hasilnya limit kuantitasi untuk kalsium hipoklorit yaitu 22,952 ppm dan untuk hidrogen peroksida 1573,427 ppm.

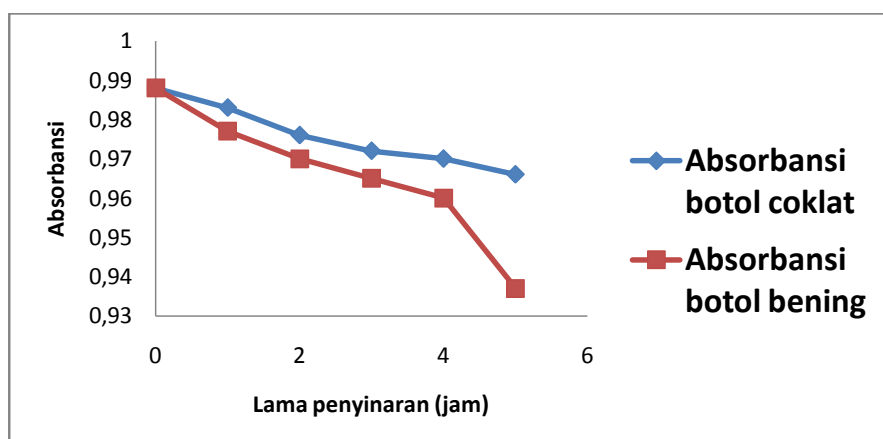
Setelah dilakukan validasi metode, dilanjutkan dengan pengujian stabilitas ekstrak bunga. Pengujian stabilitas ekstrak bunga bertujuan untuk melihat kestabilan dari ekstrak bunga. Pengujian stabilitas ekstrak bunga terhadap suhu dilakukan dengan memanaskan ekstrak bunga pada *water bath* pada suhu 80°C selama 50 menit dan diukur absorbansinya setiap 10 menit pada panjang gelombang 500 nm. Setelah dipanaskan zat warna dari ekstrak bunga sedikit memudar yang ditandai dengan penurunan absorbansi. Hasil pengujian dapat dilihat pada **Gambar 4**. Hal ini menunjukkan semakin besar suhu semakin banyak zat warna yaitu antosianin yang terdegradasi yang ditunjukkan dengan penurunan absorbansi. Perlakuan panas dapat menyebabkan kesetimbangan antosianin cenderung menuju bentuk yang tidak berwarna yaitu basa karbinol dan kalkon (Markakis, 1982).



Gambar 4. Kurva hasil uji stabilitas ekstrak bunga terhadap suhu

Pengujian stabilitas ekstrak bunga terhadap cahaya dilakukan dengan meletakkan ekstrak bunga dalam botol bening dan coklat dibawah sinar UV selama 5 jam dan diukur setiap 1 jam. Setelah disinari dengan sinar UV zat warna dari ekstrak bunga yang disimpan pada kedua jenis botol tersebut sedikit memudar yang ditunjukkan dengan penurunan absorbansi. Hasil pengujian dapat dilihat pada **Gambar 5**.

Penurunan absorbansi ekstrak bunga dalam botol bening lebih besar dibanding botol coklat karena pada botol coklat zat warna dari ekstrak bunga lebih terlindung dari cahaya. Hal ini menunjukkan bahwa sinar UV berpengaruh terhadap kestabilan zat warna yang ditandai dengan semakin lama penyinaran zat warna ekstrak bunga semakin terdegradasi. Menurut Markakis (1982), antosianin yang terdapat dalam zat warna merah dapat mengabsorpsi sinar UV. Energi radiasi sinar menyebabkan reaksi fitokimia pada spektrum tampak yang dapat merusak struktur antosianin sehingga mengakibatkan perubahan warna.



Gambar 5. Kurva hasil uji stabilitas ekstrak terhadap cahaya

Metode yang telah divalidasi, diuji pada sampel simulasi yaitu beras yang sebelumnya telah diputihkan dengan kalsium hipoklorit dan hidrogen peroksida dibilas dengan *aquadest* dan disaring kemudian direaksikan dengan reagen, diukur absorbansi dan dihitung kadar pemutih pada sampel tersebut. Dari hasil pengujian didapat kadar pemutih pada sampel masing-masing 7,7462; 41,887; 80,617 ppm untuk kalsium hipoklorit dan 760,489; 2963,286; 4659,091 ppm untuk hidrogen peroksida.

D. Kesimpulan

1. Konsentrasi optimal ekstrak petal kembang sepatu yang digunakan sebagai pereaksi untuk deteksi kalsium hipoklorit dan hidrogen peroksida yaitu 0,1%. Ekstrak petal kembang sepatu sebaiknya disimpan pada botol coklat.
2. Carik uji yang dibuat dari membran nilon yang paling baik yaitu carik uji yang dibuat dengan jumlah membran nilon 0,83 gram dalam 5 mL asam format 98% dengan daya absorpsi 88,47%. Batas deteksi carik uji untuk kalsium hipoklorit yaitu 7 ppm sedangkan batas deteksi carik uji untuk hidrogen peroksida yaitu 500 ppm. Metode deteksi dengan carik uji sangat efisien untuk kalsium hipoklorit karena batas deteksinya yang paling rendah. Carik uji dapat disimpan pada botol bening, berlapis alumunium dan coklat selama kurang dari 7 hari. Pengujian sampel simulasi dengan menggunakan carik uji baik sampel yang diputihkan dengan kalsium hipoklorit maupun hidrogen peroksida terdeteksi. Pengujian terhadap empat sampel uji dengan carik uji menunjukkan hasil 3 sampel terdeteksi dan 1 sampel tidak terdeteksi.
3. Metode deteksi pemutih menggunakan spektrofotometer memiliki persamaan regresi linier yang didapat untuk kalsium hipoklorit yaitu $y = -0,0017428x + 0,676$ dengan nilai koefisien korelasi (r^2) 0,996. Sedangkan untuk hidrogen peroksida persamaan regresi linier yang didapat yaitu $y = -0,0000572x + 0,743$ dan nilai koefisien korelasi (r^2) 0,994. Batas deteksi dan batas kuantitasi untuk kalsium hipoklorit yaitu 6,886 ppm dan 22,952 ppm. Sedangkan batas deteksi dan batas kuantitasi untuk hidrogen peroksida yaitu 472,028 ppm dan 1573,427 ppm. Metode deteksi dengan spektrofotometer sangat efisien untuk kalsium hipoklorit karena batas deteksinya yang paling rendah. Pengujian kadar sampel simulasi dengan spektrofotometer didapat kadar sampel uji sebesar 7,746; 41,887; 80,617 ppm untuk kalsium hipoklorit dan 760,489; 2963,286 dan 4659,091 ppm untuk hidrogen peroksida.

Daftar Pustaka

- Ahuja, S., and Dong, M. W. (2005). *Handbook of Pharmaceutical Analysis by HPLC*, vol 7, Elsevier Academic Press, New York.
- Andarwulan, N. dan Faradila, R.H.F. (2012). *Pewarna Alami Untuk Pangan*, Institut Pertanian Bogor, Bogor, 28.
- Charles A. H. (2000). *Modern Plastics Handbook*, The McGraw-Hill Companies Inc, Washington.
- Idris, A, Mieow dan Ahmed.(2008). The Effect of Monosodium Glutamate Additive On Performance Of Dialysis Membrane, *J. Sci. Technol*, 3(2): 172 – 179.
- Kesting, R. E. (1971). *Synthetic Polymeric Membranes*, McGraw- Hill Book Company, New York.
- Markakis, P. (1982). *Anthocyanin as Food Colours*, Academic Press, New York.
- Menteri Kesehatan RI.(2012). *Peraturan Menteri Kesehatan No 033 Tahun 2012 Tentang Bahan Tambahan Pangan*, Menteri Kesehatan RI, Jakarta.
- Menteri Pertanian RI. (2007). *Permentan RI No 32/Permentan/OT.140/3/2007 Tentang Pelarangan penggunaan Bahan Kimia Berbahaya Pada Proses Penggilingan Padi, Huller dan Penyosohan Beras*, Menteri Pertanian RI, Jakarta.
- Mulja, M. dan Suharman. (1995). *Analisis Instrumental*, Airlangga University Press, Surabaya.
- Ramos, L. A., Prieto, K. R., Cavalheiro, E. T. G. and Cavalheiro, C. C. S. (2005). Determination of Hypochlorite in Bleaching Products with Flower Extracts To Demonstrate the Principles of Flow Injection Analysis, *Journal of Chemical Education*, 82(12), 1815-1819.
- Wenten, I.G.(2000). *Teknologi Membran Industri*, Institut Teknologi Bandung, Bandung.