SKRIPSI

ANALISIS BORAKS DALAM SEMPOL DITULUNGAGUNG DENGAN METODE PREPARASI SENTRIFUGASI DAN REFLUKS SECARA SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE



ARISA NUR FADILAH

PROGRAM STUDI S1 FARMASI STIKES KARYA PUTRA BANGSA TULUNGAGUNG 2018

SKRIPSI

ANALISIS BORAKS DALAM SEMPOL DITULUNGAGUNG DENGAN METODE PREPARASI SENTRIFUGASI DAN REFLUKS SECARA SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE

ARISA NUR FADILAH

NIM:1413206006

PROGRAM STUDI S1 FARMASI STIKES KARYA PUTRA BANGSA TULUNGAGUNG

2018

ANALISIS BORAKS DALAM SEMPOL DITULUNGAGUNG DENGAN METODE PREPARASI SENTRIFUGASI DAN REFLUKS SECARA SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE

SKRIPSI

Dibuat untuk Memenuhi Syarat Mencapai Gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa

2018

Oleh:

ARISA NUR FADILAH NIM: 1413206006

Skripsi ini telah disetujui Tanggal 25 Juli 2018 oleh:

Pembimbing Utama,

Pembimbing Serta,

Rosalina Djatmika, M.Si., M.Sc NIDN. 07.020691.02 Afidatul Muadifah, M.Si NIDN. 07.080391.02

Ketua STIKes Karya Putra Bangsa Ketua Program Studi S1 Farmasi

dr. Denok Sri Utami, M.H NIDN. 07.050966.01 Tri Anita Sari, S.Farm, Apt NP. 15.86.01.03

SURAT PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama

: Arisa Nur Fadilah

NIM

: 1413206006

Program Studi

: S1 Farmasi

menyatakan bahwa sesungguhnya skripsi yang saya tulis dengan judul:

ANALISIS BORAKS DALAM SEMPOL DITULUNGAGUNG DENGAN
METODE PREPARASI SENTRIFUGASI DAN REFLUKS SECARA
SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE

adalah benar-benar merupakan hasil karya sendiri. Apabila di kemudian hari diketahui bahwa skripsi ini menggunakan data fiktif atau merupakan hasil plagiarisme, maka saya bersedia menerima sanksi berupa pembatalan kelulusan dan atau pencabutan gelar yang saya peroleh.

Demikian surat pernyataan ini saya buat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

Tulungagung, 07 Juli 2018

SAFF149456151

Arisa Nur Fadilah

NIM: 1413206006

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, karena atas rahmad dan karunia-Nya, penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi dengan judul"Analisis Boraks Dalam Sempol Di Tulungagung Dengan Metode Preparasi Sentrifugasi Dan Refluks Secara Spektrofotometri Visible" tepat pada waktunya. Skripsi ini disusun untuk memenuhi syarat mencapai gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa.

Penulisan skripsi ini tidak lepas dari berbagai pihak yang telah membantu dan mendukung. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

- Ibu dr.Denok Sri Utami selaku Ketua STIKES Karya Putra Bangsa Tulungagung yang telah memberikan motivasi terbaik kepada penulis dalam penyelesaian skripsi ini.
- 2. Ibu Tri Anita Sari, S.Farm.,Apt. selaku Ketua Program Studi Farmasi STIKES Karya Putra Bangsa Tulungagung
- 3. Ibu Rosalina Djatmika S.Si.,M.Si.,M.Sc selaku pembimbing utama yang telah memberikan ilmu dan bimbingan serta motivasi pada penulis selama penelitian.
- 4. Ibu Afidatul Muadifah S.Si.,M.Sc selaku pembimbing serta yang telah memberikan semangat, ilmu, dan bimbingan pada penulis selama penelitian.
- Seluruh dosen, staff, karyawan Program Studi Farmasi STIKES Karya Putra Bangsa Tulungagung
- 6. Bu Retno, Bu Dyah, Bu Reni selaku asisten laboratorium di STIKES Karya Putra Bangsa Tulungagung yang telah banyak memberikan bantuan kepada penulis saat penelitian berlangsung.

7. Kedua orang tua, Ibu Sarminah dan Ayah Mistari, serta adikku Ahmad Rifki Alfiyan yang telah memberikan kasih sayang, do'a dan dukungan

baik moril serta materil.

8. Teman-teman Farmasi Angkatan 2014 terima kasih atas ilmu, dukungan,

saran serta kritik kepada penulis.

9. Teman D3 Ahli Teknologi Laboratorium Medis Angkatan 2014 terima

kasih atas ilmu, saran, dan motivasi kepada penulis.

10. Wahyu Kurniawan yang selalu sabar memberi motivasi, dan kritik kepada

penulis.

11. Ayu Kumalasari, Alfi Mardiana, dan Zaidatun Ni'mah yang telah banyak

membantu dan memberikan semangat.

12. Serta semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu, membantu

dalam penyusunan skripsi.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih banyak kekurangan. Oleh

karena itu, penulis mengharap kritik dan saran yang bersifat membangun, demi

tercapai kesempurnaan skripsi ini. Akhir kata, penulis berharap penelitian ini

semoga bermanfaat bagi kalangan akademis, masyarakat dan perkembangan ilmu

pengetahuan.

Tulungagung, 07 Juli 2018

Penulis

vi

RINGKASAN

ANALISIS BORAKS DALAM SEMPOL DITULUNGAGUNG DENGAN METODE PREPARASI SENTRIFUGASI DAN REFLUKS SECARA SPEKTROFOTOMETRI VISIBLE

Boraks banyak digunakan sebagai bahan tambahan pangan. Menurut Permenkes RI Nomor 033 Tahun 2012 tentang bahan tambahan pangan, boraks dilarang digunakan untuk makanan. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui kondisi optimum analisis boraks dalam sempol di Tulungagung dengan metode preparasi sentrifugasi dan refluks serta untuk mengetahui kadar boraks dalam sempol di Tulungagung menggunakan metode spektrofotometri visible. Metode preparasi sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah dengan menggunakan sentrifugasi dan refluks. Dilakukan optimasi panjang gelombang boraks dengan variasi panjang gelombang 541 nm, 545 nm, dan 549 nm. Sampel yang telah dipreparasi dianalisis dengan menggunakan spektrofotometri visible pada panjang gelombang maksimum. Selanjutnya, dilakukan validasi metode antara lain, uji linearitas, akurasi, dan presisi. Hasil dari penelitian ini diperoleh panjang gelombang optimum adalah 541nm. Berdasarkan validasi metode yang telah dilakukan antara preparasi sentrifugasi dan refluks, metode diperoleh hasil linearitas dalam rentang konsentrasi 15ppm; 20ppm; 25ppm; 30ppm; 35ppm dengan nilai koefisien korelasi R² 0,9927, %recovery metode sentrifugasi sebesar 107,9% sedangkan refluks sebesar 132,7%,dan nilai presisi yang diperoleh metode sentrifugasi adalah 1,1 % sedangkan refluks 2%. Kadar boraks dalam sampel sempol yang telah dilakukan uji kuantitatif dengan metode sentrifugasi sebesar 18.6 ±0.043ppm dan dengan metode refluks sebesar 19.4 ± 0.0860 ppm.

ABSTRACT

ANALYSIS OF BORAKS IN SEMPOL AT TULUNGAGUNG WITH PREPARATION METHOD OF CENTRIFUGATION AND REFLUX BY SPECTROPHOTOMETRY VISIBLE

Borax is widely used as food additives. According to Permenkes RI Number 033 Year 2012 on food additives, borax is prohibited for food use

The purpose of this research is to know optimum condition of borax analysis in sempol in Tulungagung with centrifugation and reflux preparation method and to know borax concentartion in sempol in Tulungagung using visible spectrophotometry method. Performed optimization of borax wavelengths with wavelength variations of 541 nm, 545 nm, and 549 nm. The prepared sample was analyzed using visible spectrophotometry at maximum wavelength. Furthermore, the validation of methods, among others, test linearity, accuracy, and precision.

The result of this research is optimum wavelength is 541nm.Based on the validation method that has been done between the preparation of centrifugation and reflux, the method obtained the result of linearity in the concentration range 15ppm; 20ppm; 20ppm; 30ppm; 35ppm with correlation coefficient value R^2 equal to 0.9927% recovery centrifugation method is 107.9% while reflux method is 132.7%, and value of precision obtained by centrifugation method is 1.1% while reflux method is 2%. Borax content in sempol samples that have been done quantitative tests with the method of centrifugation is 18.6 ± 0.043 ppm and with reflux method is 19.4 ± 0.0860 ppm.

Keywords: Borax, Visible Spectrophotometry, Centrifugation, Reflux

DAFTAR ISI

HALAM	IAN JUDUL	ii
LEMBA	R PENGESAHAN	iii
LEMBA	R PERNYATAAN	iv
KATA P	PENGANTAR	v
RINGKA	ASAN	vii
ABSTRA	ACT	viii
DAFTAI	R ISI	ix
DAFTAI	R TABEL	xii
DAFTAI	R GAMBAR	xiii
DAFTAI	R LAMPIRAN	xiv
BAB I	PENDAHULUAN	1
	1.1 Latar Belakang	1
	1.2 Rumusan Masalah	3
	1.3 Tujuan	3
	1.4 Manfaat	3
BAB II	TINJAUAN PUSTAKA	5
	2.1 Bahan Tambahan Pangan	5
	2.1.1 Fungsi Bahan Tambahan Pangan	6
	2.1.2 Bahan Tambahan Pangan yang diizinkan	6
	2.1.3 Bahan Tambahan Pangan yang tidak diizinkan	7
	2.2 Bahan Pengawet	8
	2.3 Boraks	9
	2.3.1 Sifat Fisikokimia	9
	2.3.2 Kegunaan Boraks	10
	2.3.3 Dampak Terhadap Kesehatan	10
	2.4 Sempol	10
	2.5 Kurkumin	10
	2.6 Sentrifugasi	13
	2.7 Refluks	13

	2.8 Spektrofotometri	. 14
	2.9 Validasi Metode	. 16
	2.9.1 Akurasi	. 16
	2.9.2 Presisi	. 17
	2.9.3 Linearitas	. 17
	2.10 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Boraks	. 18
	2.10.1 Analisis Kualitatif dengan Tusuk Gigi	. 18
	2.10.2 Analisis Kualitatif dengan Kertas Tumerik	. 18
	2.10.3 Analisis Kuantitatif dengan Spektrofotometri Visible.	. 19
BAB III	METODE PENELITIAN	. 20
	3.1 Bahan	. 20
	3.2 Alat	. 20
	3.3 Sampel	. 20
	3.4 Variabel Penelitian	. 20
	3.4.1 Variabel Bebas	. 20
	3.4.2 Variabel Terikat	. 21
	3.5 Metode Penelitian	. 21
	3.5.1 Preparasi Sampel	. 21
	3.5.2 Optimasi Panjang Gelombang	. 21
	3.5.3 Validasi Metode	. 22
	3.5.3.1 Uji Linearitas	. 22
	3.5.3.2 Uji Akurasi	. 22
	3.5.3.3 Uji Presisi	. 23
	3.5.4 Metode Analisis	. 24
	3.5.4.1 Uji Kualitatif dengan Tusuk Gigi	. 24
	3.5.4.2 Uji Kualitatif dengan Kertas Tumerik	. 24
	3.5.4.3 Uji Kuantitatif dengan Spektrofotometri visible	. 24
	3.6 Kerangka Penelitian	. 25
BAB IV	HASIL PENELITIAN	. 26
	4.1 Optimasi Panjang Gelombang	. 26
	4.2 Validasi Metode	26

4.2.1 Hasil uji linearitas dan pembuatan kurva kalibrasi 27
4.2.2 Hasil uji akurasi dari preparasi sampel sentrifugasi dan
refluks27
4.2.3 Hasil uji presisi dari preparasi sampel sentrifugasi dan
refluks
4.2 Analisa Kualitatif
4.2.1 Uji Kualitatif dengan Tusuk Gigi29
4.2.2 Uji Kualitatif dengan Kertas Tumerik30
4.3 Analisa Kuantitatif
BAB V PEMBAHASAN31
5.1 Preparasi Sampel
5.1.1 Sentrifugasi
5.1.2 Refluks
5.2 Uji Kualitatif31
5.3 Optimasi Panjang Gelombang
5.4 Validasi Metode
5.4.1 Uji Linearitas
5.4.2 Uji Akurasi
5.4.3 Uji Presisi
5.5 Uji Kuantitatif
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN
6.1 Kesimpulan 37
6.2 Saran
DAFTAR PUSTAKA
LAMPIRAN 42

DAFTAR TABEL

Tabel		Hal
II.1 Hub	ungan antara warna dan panjang gelombang sinar tampak	15
II.2 Nila	i persen recovery berdasarkan nilai konsentrasi sampel	16
IV.1 Pan	jang gelombang maksimum boraks	26
IV.2 Nila	ii absorbansi larutan boraks dengan spektrofotometer	26
IV.3 Has	il uji akurasi dengan metode sentrifugasi	26
IV.4 Has	il uji akurasi dengan metode refluks	27
IV.5 Has	il uji presisi dengan metode sentrifugasi	27
IV.6 Has	il uji presisi dengan metode refluks	28
IV.7 Valid	dasi metode analisis dengan spektrofotometri	28
IV.8 Peng	gujian sampel menggunakan tusuk gigi	29
IV.9 Hasi	l penetapan kadar dengan metode sentrifugasi	30
IV.10 Has	il penetapan kadar dengan metode refluks	30

DAFTAR GAMBAR

Gar	mbar	Hal
2.1	Struktur kimia boraks	9
2.2	Kunyit (Curcuma Domestica Val.)	11
2.3	Senyawa kurkumin	12
2.4	Reaksi pembentukan senyawa rosasianin	12
4.1	Kurva kalibrasi boraks	27
4.2	Pegujian sampel dengan dengan tusuk giggi	28
4.3	Pegujian sampel dengan kertas tumerik	28
4.4	Kontrol positif dan kontrol negatif	30
5.1	Mekanisme pembentukan senyawa rosasianin	34

DAFTAR LAMPIRAN

Lan	npiran	Hal
1.1	Dokumentasi	42
1.2	Pembuatan Larutan	46
1.3	Prosedur Kerja	49
1.4	Validasi Metode	53
1.5	Perhitungan	56

BABI

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Bahan tambahan pangan (BTP) secara umum adalah bahan yang tidak digunakan sebagai makanan dan bukan komponen khas dalam suatu makanan, baik yang memiliki atau tidak memiliki gizi, yang sengaja ditambahkan kedalam suatu makanan (Cahyadi, 2008). Menurut Ratnani (2009), penambahan BTP berfungsi untuk mencegah pertumbuhan mikroba, menjadikan pangan lebih menarik sehingga menambah dan merangsang timbulnya selera makan, dan menghemat biaya. Berdasarkan data dari BPOM pada tahun 2005, bahan tambahan pangan yang paling sering dipergunakan adalah formalin dan boraks.

Boraks merupakan senyawa kimia dengan rumus Na₂B₄O₇.10H₂O, berbentuk kristal putih, tidak berbau, stabil pada suhu, dan tekanan normal. Dalam air, boraks berubah menjadi natrium hidroksida dan asam borat (Rahman *et al.*, 2016). Penambahan boraks bertujuan untuk menambah kerenyahan, meningkatkan kekenyalan, memberikan tekstur lebih baik, dan memberikan rasa gurih serta bersifat tahan lama terutama pada makanan yang mengandung pati atau terigu (Efrillia *et al.*, 2016). Efek samping yang dapat ditimbulkan dari mengkonsumsi makanan mengandung boraks antara lain, radang cabang tenggorokan, radang pangkal tenggorokan, radang kulit (*dermatitis*), radang selaput mata, anoreksia, iritasi ringan disertai gangguan pencernaan, kulit ruam, dan merah (Rahayu, 2011).

Sempol adalah jajanan yang dibuat dari campuran gilingan daging baik daging sapi maupun daging ayam dengan bahan tambahan tepung tapioka, bumbu, dibentuk lonjong, dan ditusuk seperti sate. Jajanan sempol sebelum disajikan dicelupkan kedalam kocokan telur dan digoreng. Sebagai pelengkap disajikan dengan saus sambal dan kecap. Sempol memiliki kandungan protein, akan tetapi kandungan proteinnya dalam jumlah yang cukup rendah, sehingga cocok dijadikan sebagai cemilan (Wahyuningsih, 2017).

Salah satu metode yang digunakan dalam menganalisis bahan tambahan pangan seperti boraks yang terdapat dalam jajanan sempol, yaitu menggunakan metode spektrofotometri sinar tampak (Sudjarwo, 2014). Spektrofotometri adalah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrofotometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau diabsorbsi. Jadi, spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi panjang gelombang (Gandjar dan Rohman, 2007). Kelebihan metode spektrofotometri adalah dapat digunakan untuk analisis suatu zat dalam jumlah kecil, sensitif pengerjaan mudah, dan mempunyai kepekaan analisis yang tinggi (Mursiam dan Alfian, 2017)

Preparasi sampel yang digunakan untuk analisis boraks adalah sentrifugasi dan refluks. Sentrifugasi merupakan salah satu metode yang digunakan untuk memisahkan partikel-partikel zat pada campuran (Abdullah, 2007). Kelebihan preparasi sampel dengan metode sentrifugasi adalah metode mudah, alat lebih sederhana, dan lebih efektif (Rahman *et al.*, 2016). Refluks merupakan metode ekstraksi yang dilakukan pada titik didih pelarut tersebut, selama waktu dan sejumlah pelarut tertentu dengan adanya pendingin balik(kondensor)(Irawan, 2010). Kelebihan preparasi sampel dengan metode refluks adalah pelarut yang digunakan lebih sedikit, dan bila dibandingkan dengan metode lain waktu yang dibutuhkan lebih singkat (Kristanti, 2008).

Pada tahun 2016 Rahman, telah mengembangkan metode preparasi sampel siomay dalam analisis natrium tetraborat dengan metode preparasi sampel sentrifugasi dan menggunakan pelarut aquadest. Berdasarkan uji kualitatif penelitian tersebut, dua dari sepuluh sampel positif mengandung boraks. Kondisi analisis spektrofotometri optimum diperoleh linearitas dalam rentang konsentrasi 20-70 ppm dengan nilai koefisien korelasi (R²) 0,9929, nilai batas deteksi dan nilai batas kuantitas berturut – turut sebesar 1,345 μg/ml dan 4,484 μg/ml, ratarata persen perolehan kembali sebesar 104,241%, dan nilai presisi yang diperoleh adalah 0,212%. Kelebihan metode preparasi sampel sentrifugasi adalah metode yang mudah, efektif, dan alat yang digunakan lebih sederhana.

Berdasarkan latar belakang diatas maka perlu dilakukan penelitian mengenai analisis boraks dalam sempol di Tulungagung dengan metode preparasi sentrifugasi dan refluks secara spektrofotometri. Peneliti memilih judul tersebut karena di Tulungagung belum ada penelitian yang menganalisa boraks dalam jajanan sempol. Selain itu, boraks juga merupakan bahan yang ditambahkan kedalam makanan sebagai pengenyal serta juga dapat bersifat sebagai pengawet sehingga dapat memperpanjang lama penyimpanan.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas ,maka rumusan masalah yang diperoleh adalah sebagai berikut :

- 1. Bagaimana kondisi optimum analisis boraks dalam sempol di Tulungagung dengan metode preparasi sentrifugasi dan refluks secara spektrofotometri visible?
- 2. Berapakah kadar boraks dalam sempol di Tulungagung menggunakan metode spektrofotometri visible ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan permasalahan di atas, maka tujuan penelitian ini adalah :

- Mengetahui kondisi optimum analisis boraks dalam sempol di Tulungagung dengan metode preparasi sentrifugasi dan refluks secara spektrofotometri visible.
- 2. Mengetahui kadar boraks dalam sempol di Tulungagung menggunakan metode spektrofotometri visible.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharap memberikan manfaat berupa:

- 1. Meningkatkan wawasan dan pengetahuan masyarakat akan bahaya yang ditimbulkan oleh jajanan sempol yang mengandung boraks.
- 2. Sebagai informasi bagi masyarakat dan meningkatkan kewaspadaan dalam memilih jajanan sempol yang aman di daerah Tulungagung.

- 3. Penelitian ini diharapkan sebagai dasar dalam penelitian selanjutnya khususnya tentang makanan yang mengandung boraks dengan menggunakan metode lain dan lokasi penelitian yang lebih luas.
- 4. Dapat menambah pengetahuan serta wawasan bagi mahasiswa terhadap ilmu pengetahuan yang berhubungan tentang metode dalam analisis boraks pada makanan.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bahan Tambahan Pangan

Bahan tambahan pangan adalah bahan yang biasanya tidak digunakan sebagai makanan dan biasanya bukan merupakan komponen khas dalam makanan, mempunyai atau tidak mempunyai nilai gizi, yang sengaja ditambahkan keadalam suatu makanan pada proses produksi sampai penyimpanan (Cahyadi, 2008).

Penggunaan bahan tambahan pangan dalam proses produksi pangan perlu diwaspadai bersama, baik oleh produsen maupun oleh konsumen. Dampak penggunaanya dapat berakibat positif maupun negatif bagi masyarakat. Penyimpangan dalam penggunaannya akan membahayakan kita bersama, khusunya generasi muda sebagai penerus pembangunan bangsa. Di bidang pangan kita memerlukan sesuatu yang lebih baik untuk masa yang akan datang, yaitu pangan yang aman untuk dikonsumsi, lebih bermutu, bergizi, dan lebih mampu bersaing dalam pasar global. Kebijakan keamanan pangan (*food safety*), dan pembangunan gizi nasional (*food nutrient*) merupakan bagian integral dari kebijakan pangan nasional, termasuk pengunaan bahan tambahan pangan (Cahyadi, 2008).

Menurut Cahyadi (2008),bahan tambahan pangan yang digunakan hanya dapat dibenarkan apabila :

- 1. Tidak digunakan untuk menyembunyikan penggunaan bahan yang tidak memenuhi persyaratan.
- 2. Tidak digunakan untuk menyembunyikan proses produksi yang bertentangan peraturan.
- 3. Tidak digunakan untuk menyembunyikan kerusakan bahan pangan

2.1.1 Fungsi Bahan Tambahan Pangan

Menurut Ratnani (2009), fungsi bahan tambahan pangan antara lain, adalah:

- a. Sebagai pengawet pangan dengan cara mencegah pertumbuhan mikroba perusak pangan (menahan proses biokimia) atau mencegah terjadinya reaksi kimia yang dapat menurunkan mutu pangan.
- b. Digunakan untuk membuat makanan tersebut dapat diproduksi secara massal.
- c. Menjadikan pangan lebih baik dan menarik sehingga menambah dan merangsang timbulnya selera makan.
- d. Meningkatkan kualitas pangan.
- e. Mengehemat biaya.

2.1.2 Bahan Tambahan Pangan yang diizinkan

Menurut Permenkes RI Nomor 033 Tahun 2012, bahan tambahan pangan yang diizinkan untuk digunakan pada makanan adalah :

- a. Anti oksidan dan oksidansinergi, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk mencegah terjadinya oksidasi pada makanan, misalnya: asam askorbat, asam eritrobat, butil hidroksi anisol (BHA), dan butil hidroksi toluen(BHT).
- b. Anti kempal, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk mencegah mengempalnya makanan yang berupa serbuk,tepung, dan bubuk, misalnya: Ca silikat, Mg karbonat, dan SI dioksida.
- c. Pengatur keasaman, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk mengasamkan, menetralkan, dan mempertahankan keasaman pada makanan, misalnya: asam laktat, sitrat, dan malat yang digunakan pada jeli.
- d. Pemanis buatan, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk menambahkan rasa manis pada makananan, misalnya: sakarin dan siklamat.
- e. Pemutih dan pematangan tepung, bahan tambahan pangan yang dapat digunakan untuk mempercepat proses pemutihan tepung atau pematangan tepung.
- f. Pengemulsi, pemantap, dan pengental, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk pembantu pembentukan atau memantapkan sistem dipersi pada makanan, misalnya: polisorbat, peltin, gelatin, dan agar-agar.

- g. Pengawet, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk mencegah terjadinya fermentasi, pengasaman, dan penguraian terhadap makanan yang disebabkan oleh mikroorganisme, misalnya: asam benzoat serta garamnya dan asam propianat.
- h. Pengeras, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk mengeraskan atau mencegah melunaknya bahan makanan, misalnya: Al sulfat, Al Na sulfat yang digunakan pada acar ketimun dalam botol, Ca glukonat, dan Ca sulfat pada buah kaleng.
- i. Pewarna, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk memperbaiki atau memberi wana pada makanan, misalnya: karmin, *ponceau* 4R, eritrosin warna merah, *green* FCF, *green* S warna hijau, karoten, *yellow* kuinolin, tartazin warna kuning, dan karamel warna coklat.
- j. Penyedap rasa dan aroma serta penguat rasa, bahan tambahan pangan yang digunakan untuk memberikan, menambah rasa, dan aroma pada makanan, misalnya: monosodium glutamat.
- k. Sekuestran, bahan tambahan pangan yang dapat mengikat ion logam yang terdapat pada makanan sehingga dapat mencegah terjadinya oksidasi yang dapat menimbulkan perubahan warna dan aroma, misalnya: asam folat dan garam.

2.1.3 Bahan Tambahan Pangan yang tidak diizinkan

Menurut Permenkes RI Nomor 033 Tahun 2012, bahan tambahan pangan yang dilarang digunakan dalam makanan antara lain, adalah boraks (natrium tetraborat), formalin (formaldehyd), minyak nabati yang dibrominasi (brominated vegetable oils), kloramfenikol (chloramphenicol), kalium klorat (potassium chlorate), dietilpirokarbonat (diethylpirokabonate DEPC), dulkamara(dulcamara) nitrofurazon (nitrofurazone), kokain (cocain), nitrobenzen (nitrobenzene), sinamil antranilat (cynnamil anthranilate), dihidrosafrol (dihydrosafrole), biji tonka (tonka bean), minyak kalamus (calamus oil), minyak tansi (tansy oil), dan minyak sasafras (sasafras oil).

2.2 Bahan Pengawet

Bahan pengawet adalah bahan tambahan pangan yang dapat mencegah atau menghambat tumbuhnya bakteri, sehingga tidak terjadi fermentasi (pembusukan) dan pengasaman yang disebabkan oleh bakteri (Fardiaz, 2007). Penggunaan bahan pengawet bertujuan untuk mempertahankan kualitas dan memperpanjang daya simpan dari bahan pangan (Cahyadi, 2008).

Menurut Rohman dan Sumantri (2007), bahan pengawet dibedakan menjadi 2 kategori, yaitu :

- a. Bahan pengawet organik, bahan pengawet yang lebih banyak digunakan karena pembuatannya yang mudah dan dapat terdegradasi sehingga mudah diekskresikan. Bahan pengawer organik yang digunakan adalah asam sorbat, asam propianat,dan asam benzoat.
- b. Bahan pengawet anorganik, bahan pengawet yang masih sering digunakan adalah nitrit, nitrat, dan sulfit.

Garam nitrit dan nitrat umumnya digunakan pada proses curing daging, untuk memperoleh warna yang baik, dan mencegah pertumbuhan mikroba seperti *Clostridium botulinum* (Cahyadi, 2008).

Pemakaian bahan pengawet dari satu sisi menguntungkan karena dengan bahan pengawet, bahan pangan dapat dibebaskan dari kehidupan mikroba, baik bersifat patogen yang dapat menyebabkan keracunan atau gangguan kesehatan lainnya maupun mikrobial non patogen yang dapat menyebabkan kerusakan bahan pangan, misalnya pembusukan. Namun dari sisi lain, bahan pengawet pada dasarnya adalah senyawa kimia yang merupakan bahan asing yang masuk bersama bahan pangan yang dikonsumsi. Apabila pemakaian bahan pangan dan dosisnya tidak diatur dan diawasi, kemungkinan besar akan menimbulkan kerugian bagi pemakainya, baik yang bersifat langsung, misalnya keracunan maupun yang bersifat tidak langsung atau kumulatif, misalnya apabila bahan pengawet yang digunakan bersifat karsinogenik (Cahyadi, 2008).

Dari segi kegunaan bahan pengawet ada yang boleh digunakan tetapi ada juga yang dilarang penggunaannya. Salah satu bahan pengawet yang dilarang digunakan dalam makanan adalah boraks. Boraks merupakan bahan pengawet

yang digunakan untuk mengawetkan makanan. Akan tetapi, masih terdapat masyarakat yang menambahkan boraks kedalam produk pangan dengan tujuan untuk mengenyalkan dan mengawetkan.

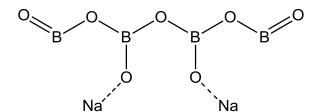
2.3 Boraks

Asam borat merupakan senyawa bor yang dikenal juga dengan nama boraks. Di Jawa Barat dikenal juga dengan nama "bleng", di Jawa Timur dan Jawa Tengah dikenal juga dengan nama "pijer". Digunakan ke dalam pangan atau bahan pangan sebagai pengental atau sebagai pengawet (Cahyadi, 2008).

2.3.1 Sifat Fisikokimia

Boraks adalah senyawa kimia dengan rumus Na₂B₄O₇.10H₂O dengan berat jenis 1,67-1,72 gr/ml, titik lebur sekitar 171° C, dan bobot molekul 381,37. Berbentuk kristal putih, tidak berbau, stabil pada suhu, dan tekanan normal. Dalam air, boraks berubah menjadi natrium hidroksida dan asam borat (Rahman *et al.*, 2016).

Senyawa ini larut dalam 18 bagian air dingin, 4 bagian air mendidih, 5 bagian gliserol 85%, dan tidak larut dalam eter. Kelarutan akan bertambah dengan penambahan asam klorida, asam sitrat atau asam tetrat. Mudah menguap dengan pemanasan dan kehilangan satu molekul airnya pada suhu 100°C yang secara perlahan berubah menjadi asam metaborat (HBO₂). Asam borat merupakan asam lemah dan garam alkalinya bersifat basa. Satu gram asam borat larut sempurna dalam 30 bagian air, menghasilkan larutan yang jernih, dan tidak berwarna. Asam borat tidak bercampur dengan alkali karbonat dan hidroksida (Cahyadi, 2008).



Gambar 2.1 Struktur kimia boraks (Rahman et al., 2017)

Menurut Riandini (2008), boraks memiliki karakteristik antara lain, adalah warna jelas bersih, kilau seperti kaca, kristal transparan tembus cahaya, warna lapisan putih, rasa manis, dan bersifat alkali.

2.3.2 Kegunaan Boraks

Boraks bisa didapatkan dalam bentuk padat atau cair (natrium hidroksida atau asam borat). Boraks maupun asam borat memiliki sifat antiseptik dan biasa digunakan oleh industri farmasi sebagai ramuan obat, misalnya: salep, bedak, larutan kompres, obat oles mulut, dan obat pencuci mata. Selain itu, boraks juga digunakan sebagai bahan solder, pembuatan gelas, bahan pembersih atau pelicin porselin, pengawet kayu, dan antiseptik kayu (Aminah dan Himawan, 2009).

2.3.3 Dampak Terhadap Kesehatan

Boraks bersifat toksik bagi sel, berisiko terhadap kesehatan manusia yang mengkonsumsi makanan mengandung boraks (See *et al.*, 2010). Efek samping yang dapat ditimbulkan antara lain, radang cabang tenggorokan, radang pangkal tenggorokan, radang kulit (*dermatitis*), radang selaput mata (*conjuctivitis*), anoreksia, iritasi ringan disertai gangguan pencernaan, kulit ruam, dan merah (Rahayu *et al.*, 2011).

Boraks dapat mempengaruhi sel serta kromosom manusia dan juga dapat mengakibatkan abnormalitas kromosom manusia sehingga menyebabkan cacat genetik (Pongsavee 2009a, 2009b).Peningkatan dosis boraks dapat mengakibatkan edema, inflamasi sel, neovaskularisasi, dan dosis sangat tinggi mengakibatkan kematian mendadak (Kabu, 2015).

Dosis fatal untuk dewasa berkisar antara 15-20 g dan anak-anak 3-6 g. Boraks beracun terhadap semua sel, sehingga apabila tertelan akan menyebabkan efek negatif pada susunan syaraf pusat, ginjal, dan hati (BPOM, 2014).

2.4 Sempol

Sempol adalah jajanan yang dibuat dari campuran gilingan daging baik daging sapi maupun daging ayam dengan bahan tambahan tepung tapioka, bumbu, dibentuk lonjong. Selanjutnya ditambahkan lada bubuk dan garam. Adonan tersebut dililitkan pada tusukan dan direbus. Jajanan sempol sebelum disajikan dicelupkan kedalam kocokan telur dan digoreng. Sebagai pelengkap disajikan dengan saus sambal dan kecap. Sempol memiliki kandungan protein, akan tetapi kandungan proteinnya dalam jumlah yang cukup rendah, sehingga cocok

dijadikan sebagai cemilan. Sempol juga merupakan jajanan yang banyak digemari karena harga yang terjangkau oleh semua kalangan masyarakat serta rasa yang gurih sehingga menyebabkan menjamurnya pedagang sempol di berbagai tempat keramaian. (Wahyuningsih, 2017).

2.5 Kurkumin

Kurkumin merupakan komponen terbesar dari ketiga yang terkandung dalam rimpang kunyit. Kunyit (*Curcuma longa Val.*) termasuk salah satu tanaman rempah dan obat, habitat asli tanaman ini meliputi wilayah Asia khususnya Asia Tenggara. Adapun klasifikasi ilmiah tanaman kunyit adalah sebagai berikut:

Kingdom : Plantae

Divisi : Spermatophyta Subdivisi : Angiospermae

Kelas : Monocotyledonae

Ordo : Zingiberales
Famili : Zingiberaceae

Genus : Curcuma

Spesies : Curcuma Domestica Val



Gambar 2.2 Kunyit (Curcuma Domestica Val.) (Nelson et al., 2017)

Kandungan kimia dari rimpang kunyit adalah minyak atsiri sebanyak 6 % yang terdiri dari golongan senyawa *monoterpen* dan *sesquiterpen*, pigmen atau zat warna kuning yang disebut kurkuminoid sebanyak 5 % (meliputi kurkumin 50 – 60%, monodesmetoksikurkumin, dan bidesmetoksikurkumin), protein, fosfor, kalium, zat besi, dan vitamin C (Simanjutak, 2012).

Menurut Widodo dalam Apriliani (2009), kurkumin (1,7-bis(4-hydroxy-3methoxyfenil)-1,6-heptadiene-3,5-dione) adalah senyawa polifenol dengan rumus kimia C₂₁H₂₀O₆, berbentuk serbuk kristal dengan titik leleh 183°C, dan berwarna kuning-kemerahan. Kurkumin tidak larut dalam air dan eter, larut dalam alkhol, dan asam asetat glasial. Senyawa ini berwarna merah kecoklatan pada kondisi alkali dan berwarna kuning pada kondisi asam.

Gambar 2.3 Senyawa kurkumin (Nelson et al., 2017)

Senyawa boraks dalam makanan dapat diidentifikasi dengan menggunakan kurkumin. Penambahan asam kuat akan merubah natrium tetraborat menjadi asam borat. Selanjutnya, asam borat akan bereaksi dengan kurkumin akan membentuk senyawa kompleks khelat merah rosasianin. (Raisani, 2009).

Asam borat

Kurkumin

Gambar 2.4 Reaksi Pembentukkan Senyawa Rosasianin (Hardianti, 2016)

2.6 Sentrifugasi

Suatu campuran zat dapat tersusun atas beberapa unsur ataupun senyawa. Komponen – komponen penyusun suatu campuran tersebut dapat dipisahkan berdasarkan sifat fisika penyusunnya . Salah satu metode yang digunakan untuk memisahkan campuran zat adalah sentrifugasi (Abdullah, 2007). Sentrifugasi adalah proses pemisahan campuran heterogen dengan menggunakan gaya sentrifugal. Gaya sentrifugal akan menyebabkan partikel padat mengendap di bagian bawah tabung dan pada bagian atas terdapat cairan supernatan (Ashwini *et al.*, 2015).

Prinsip sentrifugasi didasarkan atas fenomena bahwa partikel yang tersusupensi di dalam suatu wadah (tabung atau bentuk – bentuk lain) akan mengendap kedasar wadah karena pengaruh gravitasi. Laju pengendapan tersebut dapat ditingkatkan dengan cara meningkatkan pengaruh gravitasional terhadap partikel. Hal ini dapat dilakukan dengan menempatkan tabung berisi suspensi partikel ke dalam rotor suatu mesin sentrifugasi kemudian diputar dengan kecepatan tinggi (Yuwono, 2009).

2.7 Refluks

Refluks merupakan metode ekstraksi yang dilakukan pada titik didih pelarut tersebut, selama waktu dan sejumlah pelarut tertentu dengan adanya pendingin balik(kondensor)(Irawan, 2010).Kelebihan preparasi sampel dengan metode refluks adalah pelarut yang digunakan lebih sedikit, dan bila dibandingkan dengan metode lain waktu yang dibutuhkan lebih singkat (Kristanti, 2008).

Prinsip kerja pada metode refluks, yaitu penarikan komponen kimia yang dilakukan dengan cara sampel dimasukkan ke dalam labu alas bulat bersama-sama dengan cairan penyari lalu dipanaskan, uap-uap cairan penyari terkondensasi pada kondensor bola menjadi molekul-molekul cairan penyari yang akan turun kembali menuju labu alas bulat, akan menyari kembali sampel yang berada pada labu alas bulat, demikian seterusnya berlangsung secara berkesinambungan sampai penyarian sempurna (Akhyar, 2010).

2.8 Spektrofotometri

Spektrofotometer adalah alat untuk mengukur transmitan atau absorban suatu sampel sebagai fungsi panjang gelombang. Metode yang digunakan untuk mengukur transmitan dengan menggunakan spektrofotometer, disebut dengan spektrofotometri. Jangkauan panjang gelombang untuk daerah ultraviolet adalah 190 –380 nm, daerah cahaya tampak 380 – 780 nm, daerah infra merah dekat 780 – 3000 nm, dan daerah infra merah 2,5 – 40 µm (Rohman dan Sumantri, 2007). Kelebihan metode spektrofotometri adalah dapat digunakan untuk analisis suatu zat dalam jumlah kecil, sensitif pengerjaan mudah, dan mempunyai kepekaan analisis yang tinggi (Mursiam *et al.*, 2017).

Prinsip metode spektrofotometri didasarkan adanya interaksi dari energi radiasi elektromagnetik dengan suatu zat kimia. Tempat cahaya putih diubah menjadi cahaya monokromatis yang bisa dilewatkan ke dalam larutan berwarna, sebagian cahaya diserap dan sebagian diteruskan (Rohman dan Sumantri, 2007).

Salah satu syarat senyawa yang akan dianalisis dengan spektrofotometri adalah senyawa tersebut mengandung gugus kromofor. Kromofor adalah gugus fungsional yang mengabsorbsi radiasi ultraviolet dan tampak, jika diikat oleh gugus ausokrom. Hampir semua kromofor mempunyai ikatan rangkap terkonjugasi (diena (C=C-C=C), dienon (C=C-C=O), benzen, dan lain-lain. Ausokrom adalah gugus fungsional yang mempunyai elektron bebas, seperti –OH, NH₂, NO₂,-X (Harmita, 2006).

Pengukuran spektrofotometri menggunakan alat spektrofotometer yang melibatkan energi elektronik yang cukup besar pada molekul yang dianalisis, sehingga spektrofotometer UV-Vis lebih banyak dipakai untuk analisis kuantitatif dibandingkan kualitatif. Spektrum UV-Vis sangat berguna untuk pengukuran secara kuantitatif. Konsentrasi dari analit di dalam larutan bisa ditentukan dengan mengukur absorban pada panjang gelombang tertentu dengan menggunakan hukum Lambert-Beer (Gandjar dan Rohman, 2007).

Hukum Lambert-Beer menyatakan hubungan linearitas antara absorban dengan konsentrasi larutan analit dan berbanding terbalik dengan transmitan.

Dalam hukum Lambert-Beer tersebut ada beberapa pembatasan, yaitu (Gandjar dan Rohman, 2007):

- a. Sinar yang digunakan dianggap monokromatis
- Penyerapan terjadi dalam suatu volume yang mempunyai penampang yang sama
- c. Senyawa yang menyerap dalam larutan tersebut tidak tergantung terhadap yang lain dalam larutan tersebut
- d. Tidak terjadi fluorensensi atau fosforisensi
- e. Indeks bias tidak tergantung pada konsentrasi larutan

Hukum Lambert-Beer dinyatakan dalam persamaan (Ganjar dan Rohman, 2007) :

$$A = a.b.c.$$
 (2.1)

Keterangan:

A = absorban

a = absorpsivitas molar b = tebal kuvet (cm)

c = konsentrasi

Warna sinar tampak dapat dihubungkan dengan panjang gelombangnya. Sinar putih mengandung radiasi pada semua panjang gelombang didaerah sinar tampak. Sinar pada panjang gelombang tunggal (radiasi monokromatik) dapat dipilih dari sinar putih.

Tabel II.1. Hubungan antara warna dengan panjang gelombang sinar tampak (Gandjar dan Rohman, 2007)

Panjang gelombang	Warna yang diserap	Warna komplementer
400-435 nm	Ungu (lembayung)	Hijau kekuningan
450-480 nm	Biru	Kuning
480-490 nm	Biru kehijauan	Oranye
490-500 nm	Hijau kebiruan	Merah
500-560 nm	Hijau	Merah anggur
560-580 nm	Hijau kekuningan	Ungu (lembayung)
580-595 nm	Kuning	Biru
595-610 nm	Oranye	Biru kehijauan
610-750 nm	Merah	Hijau kebiruan

Warna-warna yang dihubungkan dengan panjang gelombang disebut warna komplementer. Warna komplementer bermakna jika salah satu komponen warna putih dihilangkan (absorbsi) maka sinar yang dihasilkan akan nampak seperti komplemen warna yang diserap. Jadi, jika warna biru (450 sampai 480 nm) dihilangkan dari sinar putih tersebut (warna biru diabsorbsi), maka radiasi yang dihasilkan adalah warna kuning . Warna-warna yang dihubungkan dengan panjang gelombang dapat dilihat pada tabel II.1 (Gandjar dan Rohman, 2007).

2.9 Validasi Metode

Validasi metode analisis bertujuan untuk memastikan dan mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut sudah sesuai dengan penggunaanya (Riyanto, 2011). Adapun parameter- parameter tersebut adalah:

2.9.1 Akurasi

Akurasi adalah kedekatan hasil pengukuran analit dalam sampel yang diperoleh dari suatu metode (hasil percobaan dibandingkan kadar analit yang sebenarnya). Akurasi sering dinyatakan dalam persen perolehan kembali (% Recovery) analit yang ditambahkan. Akurasi dapat ditentukan melalui dua cara, yaitu metode simulasi (spiked-placebo recovery) atau penambahan baku (standart addition method) (Priyanto, 2011). Perhitungan % recovery dapat ditentukan dengan rumus sebagai berikut:

% Recovery =
$$\frac{konsentrasi\ hasil\ percobaan}{konsentrasi} x\ 100\% \dots (2.2)$$

Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit dapat dilihat pada tabel II.2.

Tabel II.2. Nilai persen *recovery* **berdasarkan nilai konsentrasi sampel** (Harmita, 2004)

Analit pada matriks sampel	Recovery yang diterima (%)
10< A ≤ 100 (%)	98-102
$1 < A \le 10(\%)$	97-103
$0.1 < A \le 1(\%)$	95-105
$0.001 < A \le 0.1 $ (%)	90-107
$100 \text{ppb} < A \le 1 \text{ ppm}$	80-110
$10 \text{ ppb} < A \le 100 \text{ ppb}$	60-115
$1 \text{ ppb} < A \le 10 \text{ ppb}$	40-120

Akurasi merupakan suatu kemampuan metode analisis untuk memperoleh nilai benar setelah dilakukan secara berulang. Nilai replika analisis semakin dekat dengan sampel yang sebenarnya maka semakin akurat metode tersebut (Priyanto, 2011).

2.9.2 Presisi

Presisi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil individual, diukur melalui penyebaran hasil individual rata-rata jika prosedur ditetapkan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Priyanto, 2011).

Pada umumnya presisi dihitung menggunakan standar deviasi (SD) menghasilkan *Relative Standart Deviasion* (RSD) atau *Coeficient Variation* (CV). Presisi yang baik dinyatakan dengan semakin kecil persen RSD maka nilai presisi semakin tinggi.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{n=1}^{\infty} \left(x_{i} - \frac{1}{x}\right)^{-2}}{n-1}} \dots (2.3)$$

Keterangan:

SD = standar deviasi n = jumlah sampel

Xi = rata-rata kadar analit tiap volume

x =kadar terukur analit tiap pengulangan

RSD =
$$\frac{SD}{konsentrasi\ rata-rata\ analit\ dalam\ sampel}\ x\ 100\%\(2.4)$$

Keterangan:

Xi = pengukuran tunggal

x = rata-rata n = jumlah

2.9.3 Linearitas

Linearitas merupakan kemampuan suatu metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variasi sekitar arah garis regresi yang digitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit. Perlakuan matematik dalam pengujian

linearitas adalah melalui persamaan garis lurus dengan metode kuadrat terkecil antara hasil analisis terhadap konsentrasi analit (Harmita, 2004).

Uji linearitas ini dilakukan dengan suatu larutan baku yang terdiri atas minimal 5 konsentrasi yang naik dengan rentang 50-100% dari rentang komponen uji. Data diproses dengan menggunakan regresi linear, sehingga dapat diperoleh respon linear terhadap konsentrasi larutan baku dengan nilai koefisien korelasi diharapkan mendekati 1 atau 0,995 untuk suatu metode analisis yang baik. Rentang metode adalah pernyataan konsentrasi terendah dan tertinggi analit yang mana metode analisis memberikan kecermatan, keseksamaan, dan linearitas yang dapat diterima. Parameter adanya hubungan linear yang digunakan adalah koefisien relasi (r) pada analisis regresi linear $y = bx\pm a$, hubungan linear yang ideal dicapai jika nilai b = 0 dan r = +1 atau -1 tergantung dengan arah garis. Nilai a pada regresi linear menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan (Harmita, 2004).

2.10 Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Boraks

2.10.1 Analisis Kualitatif dengan Tusuk Gigi

Disiapkan sampel sempol,tusuk gigi dan kunyit. Ditusukkan tusuk gigi pada kunyit sampai berubah warna menjadi kuning. Kemudian ditusukkan pada sempol dan didiamkan beberapa saat. Dicabut tusuk gigi dan diamati bila terjadi perubahan warna menjadi merah menandakan positif mengandung boraks (Aseptianova *et al.*, 2017).

2.10.2 Analisis Kualitatif dengan Kertas Tumerik

Diambil beberapa potong kunyit ukuran sedang. Di tumbuk dan di saring sampai di hasilkan cairan kunyit. Di celupkan kertas saring ke dalam cairan kunyit tersebut dan dikeringkan dengan cara di angin-anginkan. Di tetesi kertas tumerik dengan sampel yang telah di asamkan dengan HCl 5N 1 mL. Diamati perubahannya jika mengadung boraks maka kertas akan berubah menjadi warna jingga dan merah kecoklatan (Fuad, 2014)

2.10.3 Analisis Kuantitatif dengan Spektrofotometri Visible

Diambil 1 mL sampel yang telah diekstraksi dimasukkan ke dalam cawan porselin,ditambah 1 mL NaOH 10 %. Cawan tersebut kemudian di panaskan di atas penangas air sampai kering dan di dinginkan pada lemari es.

Ditambah 3 mL larutan kurkumin 0,125% dipanaskan sambil diaduk aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es. Ditambah 3 mL asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan sambil diaduk aduk sampai tidak terdapat warna kuning pada cawan dan batang pengaduk. Didiamkan pada suhu ruang 15 menit. Ditambah beberapa tetes alkohol dan disaring menggunakan kertas saring. Dimasukkan dalam labu ukur 100 ml dan diencerkan dengan alkohol sampai tanda batas. Dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 554 nm dan dilakukan 3 kali replikasi (Indrayati *et al.*, 2017) .

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi bahan kimia dan bahan alam. Bahan kimia yang digunakan adalah NaOH 10% (*Merck*), larutan kurkumin 0,125% (*Merck*), CH₃COOH, etanol (*Merck*), aquadest, HCl, H₂O₂ 30% (*Merck*), Boraks p.a(proanalisa) (*Merck*), dan H₂SO₄. Bahan alam yang digunakan adalah kunyit.

3.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sentrifuge, seperangkat alat refluks, tabung sentrifuge, pipet, blender (*Miyako*), labu ukur (*Pyrex*), oven, spektrofotometer (*Shimadzu mini 1240*), kertas saring, labu alas bulat (*Pyrex*), gelas corong (*Pyrex*),tabung reaksi (*Pyrex*) mortir, stamper, neraca analitik, statif, klem, gelas beaker (*Pyrex*), tusuk gigi, bunsen, kaki tiga, batang pengaduk, termometer, penangas air, cawan porselin, kertas lakmus, lemari es, mikropipet.

3.3 Sampel

Sampel adalah sebagian yang diambil dari seluruh obyek yang diteliti dan dapat mewakili dari seluruh populasi (Riyanto, 2011). Teknik yang digunakan dalam pengambilan sampel yakni pengambilan sampel secara acak. Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah jajanan sempol yang berjumlah 10 sampel diambil di daerah Tulungagung dan telah dilakukan uji kualitatif kasar 3 sampel yang diduga positif mengandung boraks.

3.4 Variabel Penelitian

3.4.1 Variabel Bebas

Variabel bebas yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode preparasi sampel untuk analisa boraks

3.4.2 Variabel Terikat

Variabel terikat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kadar boraks dalam sampel yang terdapat di Tulungagung.

3.5 Metode Penelitian

Metode penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen/ percobaan. Identifikasi keberadaan boraks pada sempol dilakukan dengan cara kualitatif dan kuantitatif. Pengujian awal secara kualitatif. Jika hasil positif akan dilanjutkan dengan pengujian kuantitatif menggunakan spektrofotometri visible.

3.5.1 Preparasi Sampel

1. Sentrifugasi

Diambil 5 gram sampel ,ditambah dengan 100 mL aquadest dan diblender sampai halus. Dimasukkan dalam tabung sentrifuge dan disentrifuge selama 2 menit dengan kecepatan 3000 rpm. Disaring menggunakan kertas saring dan diambil bagian atasnya yang berwarna bening.

2. Refluks

Diambil 5 gram sampel, dipotong sampel menjadi ukuran lebih kecil dan dimasukkan dalam labu alas bulat. Ditambah dengan 20 mL H₂SO₄ dan direfluks selama 5 menit. Ditambahkan 20 mL H₂O₂ 30% kemudian direfluks selama 15 detik. Didinginkan dalam air es kemudian dimasukkan cairan kedalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan aquadest sampai tanda batas.

3.5.2 Optimasi

Optimasi digunakan untuk mengetahui kondisi optimum dalam analisis analit menggunakan instrumen tertentu. Dilakukan optimasi panjang gelombang untuk sampel sempol.

3.5.2.1 Optimasi Panjang Gelombang

Diambil 1 mL larutan induk boraks 50 ppm, dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah 1 mL NaOH 10 %. kemudian di panaskan cawan di atas penangas air sampai kering. Didinginkan dalam lemari es.

Ditambah 3 mL larutan kurkumin 0,125% dipanaskan sambil diaduk aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es. Ditambah 3 mL asam sulfat :

asam asetat (1:1) dipanaskan sambil diaduk aduk sampai tidak terdapat warna kuning pada cawan dan batang pengaduk kemudian didiamkan pada suhu ruang selama 15 menit.

Ditambah beberapa tetes etanol dan disaring menggunakan kertas saring. Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan etanol sampai tanda batas. Dimasukkan dalam kuvet kemudian dibaca absorbansi menggunakan spektrofotometri pada panjang gelombang 541 nm, 545 nm, dan 549 nm.

3.5.3 Validasi Metode

3.5.3.1 Uji Linearitas

Larutan standart boraks di buat variasi konsentrasi 15 ppm; 20 ppm, 25 ppm, 30 ppm dan 35 ppm. Diambil masing-masing konsentrasi sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah 1 mL NaOH 10 %. kemudian di panaskan cawan di atas penangas air sampai kering. Didinginkan dalam lemari es.

Ditambah 3 mL larutan kurkumin 0,125% dipanaskan sambil diaduk aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es. Ditambah 3 mL asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan sambil diaduk aduk sampai tidak terdapat warna kuning pada cawan dan batang pengaduk kemudian didiamkan pada suhu ruang selama 15 menit. Dibaca absorbansi masing-masing konsentrasi menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 541 nm. Dilakukan replikasi sebanyak 3 kali

Hasil absorbansi masing-masing konsentrasi kemudian dihitung rata-ratanya. Dibuat kurva baku dengan memasukkan sumbu x (konsentrasi standar) dan sumbu y (absorbansi rata-rata) dan dicari R^2 . Tingkat linieritas optimum apabila R^2 mendekati 1(Harmita, 2004).

3.5.3.2 Uji Akurasi

Diambil 1 mL sampel yang telah diekstraksi, dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah larutan baku induk boraks pada preparasi refluks 0,25 mL dan sentrifugasi 0,31 mL .Ditambah 1 mL NaOH 10 %. kemudian di panaskan cawan di atas penangas air sampai kering. Didinginkan pada lemari es. Ditambah 3 mL larutan kurkumin 0,125% dipanaskan sambil diaduk aduk selama 5 menit dan

didinginkan pada lemari es. Ditambah 3 mL asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan sambil diaduk aduk sampai tidak terdapat warna kuning pada cawan dan batang pengaduk kemudian didiamkan pada suhu ruang selama 15 menit.

Ditambah beberapa tetes alkohol dan disaring menggunakan kertas saring. Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan alkohol sampai tanda batas. Dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 541 nm dan dilakukan 3 kali replikasi.

% recovery =
$$\frac{konsentrasi\ spiking-konsentrasi\ sampel}{absorbansi\ standar}\ x\ 100\%\(3.1)$$

3.5.3.3 Uji Presisi

Diambil 1 mL larutan induk boraks 50 ppm, dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah 1 mL NaOH 10 %. kemudian di panaskan cawan di atas penangas air sampai kering. Didinginkan dalam lemari es.

Ditambah 3 mL larutan kurkumin 0,125% dipanaskan sambil diaduk aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es. Ditambah 3 mL asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan sambil diaduk aduk sampai tidak terdapat warna kuning pada cawan dan batang pengaduk kemudian didiamkan pada suhu ruang selama 15 menit.

Ditambah beberapa tetes etanol dan disaring menggunakan kertas saring. Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan etanol sampai tanda batas. Dimasukkan dalam kuvet kemudian dibaca absorbansi menggunakan spektrofotometri pada panjang gelombang 541 nm. Dilakukan replikasi sebanyak 3 kali.

Hasil absorbansi masing – masing konsentrasi kemudian dihitung rata – ratanya. Parameter tingkat presisi ditentukan berdasarkan nilai *relatif standar deviasi* (RSD) dari beberapa konsentrasi analit dalam sampel dihitung melalui persamaan (Priyanto, 2011).

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (Xi - x)^{-2}}{n - 1}}....(3.2)$$

RSD =
$$\frac{\text{standar deviasi (SD)}}{\text{konsentrasi rata-rata analit dalam sampel}} \times 100\% \dots (3.3)$$

 $RSD \le 1\%$ = sangat teliti

 $1\% \le RSD \le 2\%$ = teliti

 $2\% \le RSD \le 5\%$ = ketelitian sedang

RSD > 5% = ketelitian rendah

3.5.4 Metode Analisis

3.5.4.1 Uji Kualitatif dengan Tusuk Gigi

Disiapkan 10 sampel sempol,tusuk gigi dan kunyit. Ditusukkan tusuk gigi pada kunyit sampai berubah warna menjadi kuning. Ditusukkan pada sempol dan didiamkan beberapa saat. Dicabut tusuk gigi dan diamati bila terjadi perubahan warna menjadi merah diduga positif mengandung boraks.

3.5.4.2 Uji Kualitatif dengan Kertas Tumerik

Ditetesi kertas tumerik dengan sampel yang telah di asamkan dengan HCl 5 N 1 mL. Diamati perubahannya jika mengadung boraks maka kertas akan berubah menjadi warna jingga dan merah kecoklatan (Fuad, 2014)

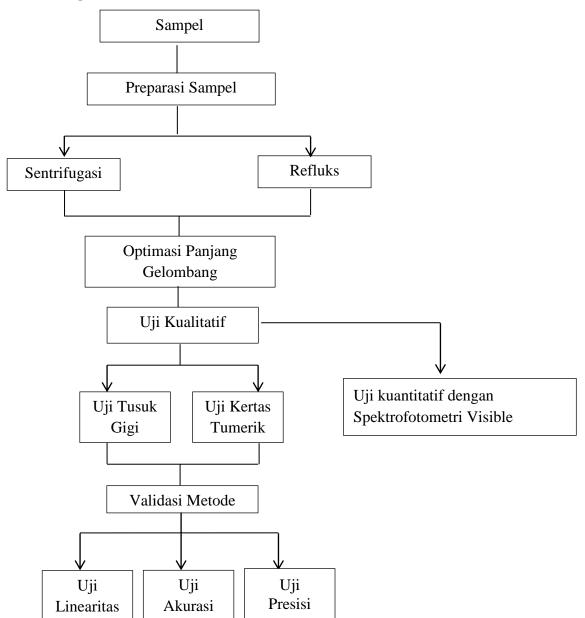
3.5.4.3 Uji Kuantitatif dengan Spektrofotometri Visible

Diambil 1 mL sampel yang telah diekstraksi, dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah 1 mL NaOH 10 %. kemudian di panaskan cawan di atas penangas air sampai kering. Didinginkan pada lemari es.

Ditambah 3 mL larutan kurkumin 0,125% dipanaskan sambil diaduk aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es. Ditambah 3 mL asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan sambil diaduk aduk sampai tidak terdapat warna kuning pada cawan dan batang pengaduk kemudian didiamkan pada suhu ruang selama 15 menit.

Ditambah beberapa tetes alkohol dan disaring menggunakan kertas saring. Dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan alkohol sampai tanda batas. Dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang maksimum dan dilakukan 3 kali replikasi.

3.6 Kerangka Penelitian



BAB IV

HASIL PENELITIAN

Pada penelitian yang sudah dilakukan didapatkan hasil sebagai berikut :

4.1 Optimasi Panjang Gelombang

Penentuan panjang gelombang optimum didapatkan dari nilai absorbansi tertinggi dari berbagai deret panjang gelombang. Dari tabel IV.1 dapat dilihat panjang gelombang 541 nm memberikan absorbansi tertinggi sehingga dapat disimpulkan panjang gelombang 541nm merupakan panjang gelombang optimum untuk menganalisa boraks.

Tabel IV.1 Panjang gelombang maksimum boraks

Panjang Gelombang (λ)	Absorbansi (A)
541 nm	1,773
545 nm	1,694
549 nm	1,597

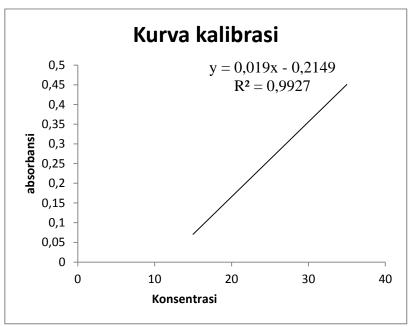
4.2 Validasi Metode

4.2.1 Hasil uji linearitas dan pembuatan kurva kalibrasi

Tabel IV.2 Nilai absorbansi larutan boraks dengan spektrofotometer

Konsentrasi	Absorbansi (A)
15 ppm	0,085
20 ppm	0,157
25 ppm	0,246
30 ppm	0,354
35 ppm	0,463

Kurva kalibrasi dibuat dengan menggunakan variasi konsentrasi 15 ppm-35 ppm dan didapatkan kurva kalibrasi boraks sebagai berikut :



Gambar 4.1 Kurva kalibrasi boraks

4.2.2 Hasil uji akurasi dari preparasi sampel sentrifugasi dan refluks **Tabel IV.3 Hasil uji akurasi dengan metode sentrifugasi**

Tuber 1 v. o Trush uji unurusi uengan merode senti magasi				
Sampel	Absorbansi	Kadar	%Recovery	Rata-rata
	Sampel	Sampel		%Recovery
Replikasi 1	0,154	4,349	123,0%	_
Replikasi 2	0,161	4,264	107,9%	109,5 %
Replikasi 3	0,149	4,207	97,86%	

Tabel IV.4 Hasil uji akurasi dengan metode refluks

Sampel	Absorbansi	Kadar	%Recovery	Rata-rata
	Sampel	Sampel		%Recovery
Replikasi 1	0,171	4,830	126,2%	_
Replikasi 2	0,173	4,887	139,0%	134,7 %
Replikasi 3	0,173	4,887	139,0%	

Berdasarkan Tabel IV.3 dan IV.4 pada preparasi sampel dengan metode sentrifugasi diperoleh hasil rata-rata %*recovery* sebesar 109,5% dan metode refluks diperoleh hasil rata-rata %*recovery* sebesar 134,7%.

4.2.3 Hasil uji presisi dari preparasi sampel sentrifugasi dan refluks

Tabel IV.5 Hasil uji presisi dengan metode sentrifugasi

Tuber 1 vie Hubir uji prebibi dengan metode benerinagasi				
Sampel	Absorbansi	xi	$(xi - \overline{x})$	$(xi - \overline{x})^2$
Replikasi 1	0,128	3,609	-0,047	0,002209
Replikasi 2	0,130	3,666	-0,01	0,0001
Replikasi 3	0,131	3,694	0,038	0,001444
		$\overline{X} = 3,656$		$\Sigma = 0.003753$
SD = 0.043			RSD = 1,1 %	

Tabel IV.6 Hasil uji presisi dengan metode refluks

	J I	0		
Sampel	Absorbansi	xi	$(xi - \overline{x})$	$(xi - \overline{x})^2$
Replikasi 1	0,148	4,173	-0,094	0,008836
Replikasi 2	0,152	4,286	0,019	0,000361
Replikasi 3	0,154	4,342	0,075	0,005625
		$\overline{X} = 4,267$		$\Sigma = 0.014822$
SD = 0.0860			RSD = 2 %	

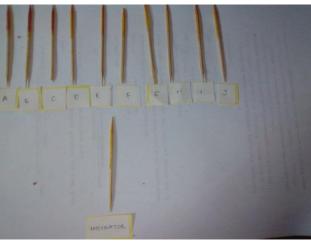
Berdasarkan Tabel IV.5 dan IV.6 pada preparasi sampel dengan metode sentrifugasi didapatkan hasil nilai RSD sebesar 1,1% dan metode refluks sebesar 2%.

Tabel IV.7 Validasi metode analisis dengan spektrofotometri

Parameter	Sentrifugasi	Refluks
R^2	0,9927	0,9927
Akurasi (%Recovery)	109,5%	134,7%
Presisi (RSD)	1,1%	2%

4.2 Analisa Kualitatif

4.2.1 Uji Kualitatif dengan Tusuk Gigi



Gambar 4.2 Pengujian sampel dengan tusuk gigi

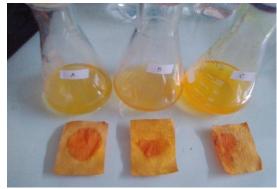
Tabel IV.8 Pengujian sampel menggunakan tusuk gigi

No	Sampel	Hasil	Keterangan
1.	A	+	Warna kuning menjadi kemerahan
2.	В	+	Warna kuning menjadi kemerahan
3.	С	+	Warna kuning menjadi kemerahan
4.	D	_	Warna tetap kuning/ tidak terjadi perubahan wana
5.	E	_	Warna tetap kuning/ tidak terjadi perubahan wana
6.	F	-	Warna tetap kuning/ tidak terjadi perubahan wana Warna tetap kuning/ tidak terjadi perubahan wana
7.	G	-	Warna tetap kuning/ tidak terjadi perubahan wana
8.	Н	-	Warna tetap kuning/ tidak terjadi perubahan wana
9.	I	-	Warna tetap kuning/ tidak terjadi perubahan wana
10.	J	-	Warna tetap kuning/ tidak terjadi perubahan wana

+: positif boraks

-: negatif boraks

4.2.2 Uji Kualitatif dengan Kertas Tumerik



Gambar 4.3 Pengujian sampel dengan kertas tumerik



Gambar 4.4 Kontrol positif dan kontrol negatif

4.3 Analisa Kuantitatif

Tabel IV.9 Hasil penetapan kadar dengan metode sentrifugasi

Sampel	Absorbansi	Kadar	Rata-rata kadar
	Sampel	(ppm± SD)	(ppm± SD)
Replikasi 1 Replikasi 2 Replikasi 3	0,139 0,140 0,142	$18,6 \pm 0,043$ $18,6 \pm 0,043$ $18,7 \pm 0,043$	$18,6 \pm 0,043$

Tabel IV.10 Hasil penetapan kadar dengan metode refluks

Sampel	Absorbansi	Kadar	Rata-rata kadar
	Sampel	(ppm± SD)	(ppm± SD)
Replikasi 1 Replikasi 2 Replikasi 3	0,154 0,157 0,156	$19,4 \pm 0,086$ $19,5 \pm 0,086$ $19,5 \pm 0,086$	$19,4 \pm 0,086$

Berdasarkan Tabel IV.9 dan Tabel IV.10 didapatkan hasil penetapan kadar sampel sempol di daerah Tulungagung dengan metode sentrifugasi mengandung boraks sebesar 18,6 $\pm 0,043$ ppm dan metode refluks sebesar 19,4 $\pm 0,0860$ ppm.

BAB V

PEMBAHASAN

Pada penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum analisis boraks dalam sempol di Tulungagung dengan metode preparasi sentrifugasi dan refluks secara spektrofotometri visible serta untuk mengetahui kadar boraks dalam jajanan sempol di Tulungagung menggunakan metode spektrofotometri visible.

5.1 Preparasi Sampel

5.1.1 Sentrifugasi

Metode pertama dengan menggunakan sentrifugasi, sampel diekstraksi dengan blender menggunakan pelarut aquadest. Penggunaan pelarut aquadest dipilih karena sesuai dengan kelarutan boraks yaitu, larut dalam pelarut aquadest. Pada sentrifugasi dilakukan proses pemisahkan antara supernatan dan ampas. Setelah supernatan diambil kemudian dilakukan penyaringan dengan kertas saring untuk menghilangkan kotoran serta kandungan protein yang terdapat dalam sampel sehingga diperoleh supernatan yang diduga mengandung natrium tetraborat.

5.1.2 Refluks

Metode kedua menggunakan ekstraksi refluks yang terdiri dari beberapa tahap sehingga sampel dapat menjadi larutan. Tahap awal dengan menambah larutan H_2SO_4 pekat dan dipanaskan pada suhu 70° C bertujuan untuk meratakan larutan asam sampai berubah menjadi hitam. Tahap kedua penambahan dengan H_2O_2 30% yang bertujuan untuk mereduksi senyawa organik menjadi CO_2 dan H_2O sehingga larutan berubah menjadi jernih (Rusli, 2009). Tahap terakhir sampel yang telah dipreparasi diencerkan dengan aquadest.

5.2 Uji Kualitatif

Setelah sampel dipreparasi ,kemudian dilakukan uji kualitatif dengan tusuk gigi dan kertas tumerik. Hasil dari pengujian dengan menggunakan tusuk gigi yang telah ditusukkan ke kunyit, diperoleh 3 dari 10 sampel diduga positif mengandung boraks yang ditandai warna tusuk gigi yang berubah warna. Warna

kemerahan yang dihasilkan dapat dibedakan dengan tusuk gigi yang berwarna kuning sebagai indikator.

Uji kualitatif selanjutnya dengan menggunakan kertas tumerik. Hasil dari penenelitian ini, sampel positif mengandung boraks seperti pada gambar 4.3 Warna coklat-kemerahan yang dihasilkan pada kertas dapat dibedakan dengan kertas tumerik yang berwarna kuning sebagai kontrol negatif sedangkan kertas tumerik berwarna merah bata sebagai kontrol positif adanya boraks.

Penggunaan asam klorida 5N bertujuan untuk mengubah boraks atau natrium tetraborat dan membentuk asam borat. Selanjutnya, asam borat akan bereaksi dengan kurkumin membentuk kompleks kelat yang berwarna merah(Azas, 2013).

Bahan makanan dapat dikatakan positif mengandung boraks jika warna kuning kunyit berubah menjadi merah. Hal ini karena kunyit dapat mendeteksi boraks dengan menguraikan ikatan boraks menjadi asam borat dan mengikatnya menjadi kompleks membentuk senyawa boron Cyano Curcumin. Ion asam borat (boraks) membentuk kompleks merah saat direaksikan dengan kunyit yang disebut rosacyanine (Aseptianova *et al.*, 2017).

5.3 Optimasi Panjang Gelombang

Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan agar absorbansi sampel berada pada panjang gelombang maksimum sehingga didapat hasil yang maksimal. Penentuan panjang gelombang maksimum dilakukan dengan menggunakan larutan boraks 50 ppm kemudian diberi perlakuan seperti uji kuantitatif. Selanjutnya, diabsorbansi pada variasi panjang gelombang 541 nm, 545 nm, dan 549 nm.

Pada penelitian sebelumnya panjang gelombang maksimum yang digunakan untuk menganalisis boraks adalah 541 nm (Suhendra, 2013). Namun, karena kondisi alat yang berbeda maka dilakukan penentuan panjang gelombang terlebih dahulu. Hasil pengukuran panjang gelombang serapan maksimum boraks adalah 541 nm yang dipilih berdasarkan serapan tertinggi.

5.4 Validasi Metode

Langkah kedua melakukan validasi metode analisis. Pada penelitian perlu dilakukan validasi untuk membuktikan bahwa hasil yang diperoleh valid dan memenuhi persyaratan penggunaanya. Parameter-parameter yang digunakan dalam validasi metode penelitian ini meliputi linearitas, akurasi, dan presisi.

5.4.1 Uji Linearitas

Linearitas adalah kemampuan suatu metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Data diproses dengan menggunakan regresi linear, sehingga dapat diperoleh respon linear terhadap konsentrasi larutan baku dengan nilai koefisien korelasi diharapkan mendekati 1 atau 0,995 untuk suatu metode analisis yang baik (Harmita, 2004).

Uji linearitas dilakukan dengan membuat larutan boraks untuk kurva kalibrasi sehingga dapat menghasilkan persamaan regresi linear. Larutan boraks dibuat dengan variasi konsentrasi 15 ppm; 20 ppm; 25 ppm; 30 ppm; dan 35 ppm. Hasil yang didapatkan menunjukkan semakin tinggi konsentrasi larutan maka akan semakin tinggi pula nilai absorbansi. Dari kurva kalibrasi didapatkan persamaan regresi linear y = 0.019x - 0.2149 dengan koefisien korelasi (R²) sebesar 0.9927, sehingga dapat disimpulkan bahwa hasil yang telah didapatkan memenuhi kriteria persyaratan.

5.4.2 Uji Akurasi

Selanjutnya dilakukan uji akurasi dari hasil preparasi sampel sentrifugasi dan refluks. Akurasi (kecermatan) adalah kedekatan hasil pengukuran analit dalam sampel yang diperoleh dari suatu metode (hasil percobaan dibandingkan kadar analit yang sebenarnya) (Harmita, 2004). Kecermatan metode ini dapat dilihat dari persen perolehan kembali (*% recovery*) boraks pada sampel. Rata-rata persen perolehan kembali yang diperoleh dari preparasi sampel dengan sentrifugasi sebesar 109,5% sedangkan dengan refluks sebesar 134,7%. Hasil preparasi sampel dengan metode sentrifugasi memenuhi persyaratan akurasi yaitu, 80-120 % dibandingkan dengan refluks. Hal ini kemungkinan dapat disebabkan masih terdapatnya pengotor pada hasil preparasi sampel refluks.

5.4.3 Uji Presisi

Parameter yang dilakukan selanjutnya adalah uji presisi. Presisi adalah ukuran menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil individual, diukur melalui penyebaran hasil individual rata-rata jika prosedur ditetapkan secara berulang pada sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Priyanto, 2011).

Uji ini dilakukan dengan mengukur absorban dari hasil preparasi sampel dan dilakukan replikasi sebanyak tiga kali. Nilai *Relative Standart Deviasion* (RSD) yang diperoleh pada preparasi sentrifugasi sebesar 1,1% dan refluks sebesar 2%. Nilai yang didapat memenuhi kriteria persyaratan uji presisi yaitu sebesar ≤2% (Harmita, 2004).

5.5 Uji Kuantitatif

Pada pengujian kuantitatif hasil preparasi sampel dipipet sebanyak 1 mL dan ditambahkan dengan larutan NaOH sebagai pengikat unsur boron pada boraks. Pemanasan diatas penangas air sampai kering bertujuan untuk menghilangkan kandungan air dalam sampel. Hal ini dilakukan karena senyawa kompleks akan mudah terhidrolisis dengan adanya air (Rusli,2009).

Boraks direaksikan dengan kurkumin karena larutan boraks merupakan larutan yang tidak memiliki warna. Selain itu, adanya asam, boraks akan terurai dari ikatannya menjadi asam borat dan diikat oleh kurkumin membentuk kompleks warna rosa yang disebut dengan boron cyanon kurkumin kompleks. Penggunaan konsentrasi kurkumin 0,125% karena pada kisaran 0,100%-0,150% kurkumin dapat larut sempurna dalam asam asetat tanpa proses penyaringan (Indriyati *et al.*, 2017). Setelah itu, ditambahkan larutan asam asetat : asam sulfat (1:1) yang bertujuan agar kompleks rosasianin yang terbentuk tetap stabil. Stabilitas warna kompleks hanya dapat dipertahankan selama 2 jam setelah kompleks tersebut dilarutkan dengan alkohol dalam suasana asam, sehingga dalam pengkuran kadar tidak lebih dari 2 jam setelah kompleks terbentuk.

Hasil yang diperoleh pada penetapan kadar dengan menggunakan metode spektrofotometri visible pada preparasi sampel dengan sentrifugasi sebesar 18,6 $\pm 0,043$ ppm dan metode refluks sebesar 19,4 $\pm 0,0860$ ppm.

Gambar 5.1 Mekanisme Pembentukkan Senyawa Rosasianin (Hardianti, 2016)

ОН

Berdasarkan Permenkes RI Nomor 033 Tahun 2012, boraks merupakan salah satu bahan tambahan pangan yang dilarang penggunaannya, sehingga meskipun kadarnya rendah tetap dilarang penggunaannya. Namun, Rahman et al., (2016), mengemukakan bahwa konsentrasi boraks dapat menyebabkan keracunan berkisar antara 20-150 ppm.

Selain itu, seseorang yang mengkonsumsi makanan yang mengandung boraks tidak akan langsung mengalami dampak buruk bagi kesehatan, tetapi senyawa tersebut akan diserap dalam tubuh secara kumulatif. Dosis yang cukup tinggi dalam tubuh akan menyebabkan munculnya gejala pusing pusing, muntah dan kram perut. Pada anak kecil dan bayi, bila dosis dalam tubuhnya sebanyak 5

gram atau lebih dapat menyebabkan kematian, sedangkan untuk orang dewasa kematian terjadi pada dosis 10 sampai 20 gram (Endrinaldi, 2006).

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

6.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan, diperoleh beberapa kesimpulan sebagai berikut :

- Berdasarkan optimasi yang telah dilakukan diperoleh panjang gelombang maksimum boraks adalah 541 nm. Hasil validasi metode yang telah dilakukan antara preparasi sentrifugasi dan refluks diperoleh nilai R² sebesar 0,9927 dalam rentang konsentrasi 15ppm; 20ppm; 25ppm; 30ppm; 35ppm, % recovery dengan metode sentrifugasi sebesar 109,5% sedangkan metode refluks sebesar 134,7% ,dan nilai presisi yang diperoleh pada metode sentrifugasi adalah 1,1 % sedangkan metode refluks adalah 2%.
- 2. Kadar boraks dalam sampel sempol yang telah dilakukan uji kuantitatif dengan metode sentrifugasi sebesar 18,6 \pm 0,043ppm dan menggunakan metode refluks sebesar metode refluks sebesar 19,4 \pm 0,0860 ppm.

6.2 Saran

- Pemerintah perlu melakukan penyuluhan terhadap masyarakat mengenai dampak kesehatan apabila boraks digunakan sebagai bahan tambahan pada makanan. Selain itu, pemerintah juga harus lebih mengawasi peredaran boraks di masyarakat.
- 2. Perlunya dilakukan penelitian lanjutan dengan menggunakan metode preparasi sampel atau instrumen yang lain seperti HPLC pada bahan makanan yang mengandung boraks.
- 3. Perlunya dilakukan pengukuran pH sampel sempol untuk mengetahui kondisi asam atau basa boraks yang terkandung dalam sampel.
- 4. Perlunya dilakukan penelitian lanjutan dengan lokasi penelitian atau pengambilan sampel lebih luas.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah. 2007. Dasar-Dasar Penguasaan Kimia. Semarang: Grasinda Pratama.
- Akhyar. 2010. Uji Daya Hambat Dan Analisis Klt Bioautografi Ekstrak Akar dan Buah Bakau (Rhizophora Stylosa Griff.) Terhadap Vibrio Harveyi. *Skripsi*. Makassar: Fakultas Farmasi, Universitas Hasanuddin.
- Aminah dan Himawan. 2009. *Bahan-Bahan Berbahaya dalam Kehidupan*. Bandung: Salamadani
- Apriliani,R.2009. Studi Penggunaan Kurkumin sebagai Modifier Elektroda Pasta Karbon untuk Analisis Timbal (II) secara Stripping Voltametry. *Skripsi*. Surakarta: Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Sebelas Maret.
- Aseptianova., Afriansyah, D., Astriani, M. 2017. Penyuluhan Bahan Makanan yang Mengandung Boraks di Kelurahan Kebun Bunga Kota Palembang. *Jurnal Bobotoh*. Vol. 2 No. 1 p, 1-9
- Ashwini, M., Jain, B.V., Saraode, S. 2015. Research Centrifuge Advanced Tool Separation. *International Journal of Pharma Sciences and Research*. Vol. 6 No. 7. p 1046-1049
- Asnah, M. 2012. Kimia Analisis Farmasi. Makassar: Dua Satu Press
- Azas,Q,S.2013.Analisis Kadar Boraks pada Kurma yang Beredar di Pasar Tanah Abang dengan Menggunakan Spektrofotometri UV-Vis. *Skripsi*. Jakarta: Program Studi Farmasi, Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- BPOM. 2014. Bahan Berbahaya yang Dilarang untuk Pangan. https://www.pom.go.id. Diakses tanggal 16 Juli 2018
- Cahyadi, W. 2008. Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan Ed ke-2. Jakarta: Bumi Aksara
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia.2012. Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.1168/Menkes/Per/X/1999 tentang Bahan Tambahan Pangan: Jakarta

- Efrilia, M., Prayoga, T., Mekarsari, N. 2016. Identifikasi Boraks dalam Bakso di Kelurahan Bahagia Bekasi Utara Jawa Barat dengan Metode Analisa Kualitatif. *Jurnal Ilmiah Ibnu Sina*. Vol. 1, No.1, p. 113-120.
- Endrinaldi, 2006. Identifikasi dan Penetapan Kadar Boraks pada Mie Basah yang Beredar di Beberapa Pasar di Kota Padang. *Skripsi*. Padang: Fakultas Kedokteran.
- Fardiaz. 2007. Bahan Tambahan Makanan.Bandung: Institut Pertanian Bogor Press.
- Fuad, N.R., 2014. Identifikasi Kandungan Boraks Pada Tahu Pasar Tradisional Di Daerah Ciputat. *Skripsi*. Jakarta: Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan
- Gandjar, I.G., dan Rohman, A, 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Penerbit Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksananaan Validasi Metoda dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*.Vol.1 No.3.p 127
- Indrayati, W., Paramita, M., Hasanah N.A. 2017. Comparative Study On Sample Preparation Method In Analysis Of Borax In Dates Palm Using Visible Spectrophotometry. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*. Vol. 8. p 263-268.
- Irawan, B., 2010. Peningkatan Mutu Minyak Nilam dengan Ekstraksi dan Destilasi pada Berbagai Komposisi Pelarut. *Tesis*. Universitas Diponegoro, Semarang, Indonesia.
- Kabu, M., Tosun, M., Elitok, B. and Akosman, M.S. 2015. Histological evaluation of the effects of borax obtained from different sources in different rat organs. *Int. J. Morphol.* Vol 33 No 1. p 255-261.
- Kristianti, A. N.2008. *Buku Ajar Fitokimia*. Surabaya : Airlangga University Press.
- Mursiam, S., Alfian, R. 2017. Validasi Metode Spektrofotomertri UV pada Analisis Penetapan Kadar Asam Mefenamat dalam Sediaan Tablet Generik. *Jurnal Ilmiah Ibnu Sina*. Vol 2 No 1.p 31-43

- Nelson, K.M., Dahlin.JL.,Bisson J., Graham J., Pauli G.F.,Walters.M.A. 2017. The Essential Medicinal Chemistry of Curcumin. *Journal of Medicinal Chemistry*. Vol 60 p.1620–1637
- Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia. 2012. Peraturan Mentri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 033 Tahun 2012 tentang Bahan Tambahan Pangan. Jakarta: Menteri Kesehatan Republik Indonesia
- Pongsavee, M. 2009a. Effect of borax on immunencell proliferation and sister chromatid exchange in human chromosomes. J. Occup. Medic. *Toxicol*. Vol 4 No.2.p 1-6.
- Pongsavee, M. 2009b. Genotoxic effects of borax on cultured lymphocytes. Southeast Asian. *J. Trop. Med. Public Health.* Vol 40 No.2.p 411-418.
- Rahayu W.P .2011. Keamanan Pangan Peduli Kita Bersama. *Jurnal IPB Press*:

 Bogor
- Rahman, K.R.D., Arumsari, A., Herawati, D.2016. Pengembangan Metode Preparasi Sampel Siomay dalam Analisis Nantrium Tetraborat. *Prosiding Farmasi*.pp 293-299.
- Ratnani, R.D. 2009. Bahaya Bahan Tambahan Makanan Bagi Kesehatan. *Momentum* .Vol. 5 (1) No. 1 p16 – 22.
- Riandini, N. 2008. *Bahan Kimia dalam Makanan dan Minuman*. Bandung: Shakti Adiluhung.
- Riyanto. 2011. Validasi & Verifikasi Metode Uji. Yogyakarta: Deppublish
- Rohman, A. dan Sumantri. 2007. *Analisis Makanan*. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Rusli.,R.2009. Penetapan Kadar Boraks pada Mie Basah yang Beredar di Pasar Ciputat dengan Spektrofotometri UV-VIS menggunakan Pereaksi Kurkumin. *Skripsi*. Jakarta: Program Studi Farmasi, Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan, Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- See, A.S., Salleh, A.B., Bakar, F.A., Yusof, N.A., Abdulamir, A.S. and Heng, L.Y. 2010. Risk and health effect of boric acid. Am. J. Appl. Sci. Vol 7 No.5.p.620-627.

- Simanjutak,P.2012. Studi Kimia dan Farmakologi Tanaman Kunyit (Curcuma longa L) Sebagai Tumbuhan Obat Serbaguna. *Agrium*. Vol. 17 No. 2.p103-107.
- Sudjarwo., Poedjiarti, S., Angerina. 2014. Validasi Metode Spektrofotometri UV-Vis pada Penetapan Kadar Boraks didalam Bakso. *Berkala Ilmiah Kimia* Farmasi. Vol3 No.1.P31-38
- Suhendra,M,S.2013. Analisis Boraks dalam Bakso Daging Sapi A dan B di Daerah Tenggilis Mejoyo Surabaya menggunakan Spektrofotometri. *Calliptra Jurnal Ilmiah Mahasiswa Universitas Surabaya*. Vol.2 No. 1, p1-13.
- Triastuti, E.,Fatimawali ., Runtuwene ,M. R. 2013. Analisis Boraks pada Tahu yang Diproduksi di Kota Manado. *Jurnal Ilmiah Farmasi* .Vol. 2 No. 01. P 69-74.
- Wahyuningsih.2017. Identifikasi Jumlah Koloni Bakteri dan Jenis Bakteri pada Jajanan Sempol yang Dijajakan oleh Para Pedagang (Sebagai Sumber Belajar Biologi). Skripsi. Malang. Program Studi Pendidikan Biologi. Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan. Universitas Muhammadiyah Malang
- Yuwono, T. 2009. Biologi Molekuler. Jakarta: Penerbit Erlangga

LAMPIRAN

1.1 Dokumentasi



Sampel sempol







NaOH

Asam asetat:asam sulfat

mikropipet 5µl







larutan kurkumin 0,125% Spektrofotometer





Larutan induk boraks 50 ppm



H₂O₂ 30%



Larutan boraks 15ppm, 20ppm, 25ppm Uji Kuantitatif 30ppm,35 ppm





Sampel (Uji Kuantitatif)







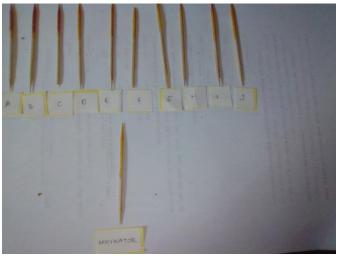
Preparasi sampel refluks







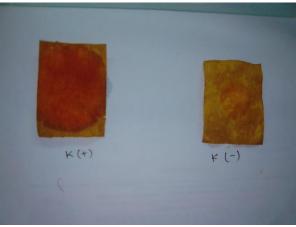
Preparasi sampel sentrifugasi



Hasil uji kualitatif dengan tusuk gigi dan kunyit



Hasil uji kualitatif dengan kertas tumerik

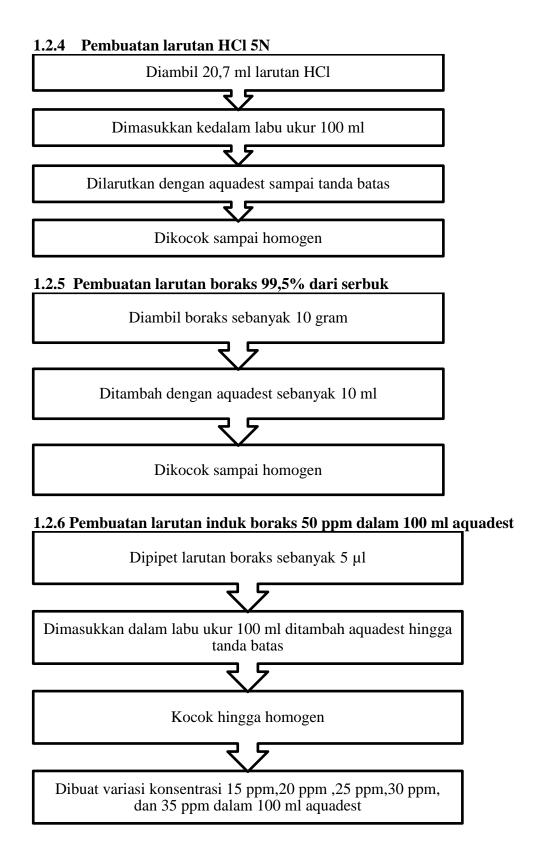


Kontrol positif dan kontrol negatif

1.2 Pembuatan larutan

1.2.1Pembuatan larutan kurkumin 0,125% Ditimbang kurkumin sebanyak 125 mg dimasukkan ke dalam beaker glass Dilarutkan dengan 50 ml asam asetat sampai larut Dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml Ditambah dengan asam asetat sampai tanda batas Dikocok sampai homogen 1.2.2 Pembuatan larutan NaOH 10% Ditimbang NaOH sebanyak 10 gram dimasukkan ke dalam beaker glass Dilarutkan dengan 50 ml aquadest sampai larut Dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml Ditambah dengan aquadest sampai tanda batas Dikocok hingga homogen Pembuatan larutan asam sulfat pekat : asam asetat(1:1) Diambil 50 ml larutan asam asetat pekat Dimasukkan kedalam labu ukur 100 ml Diambil 50 ml larutan asam sulfat pekat Dituang sedikit-sedikit melewati dinding labu

Dikocok perlahan sampai homogen



1.2.7 Pembuatan variasi konsentrasi 15 ppm,20 ppm ,25 ppm,30 ppm, dan 35 ppm dalam 100 ml aquadest

15 ppm Diambil 30 ml dari baku induk ,dimasukkan labu ukur 100ml Ditambah aquadest hingga tanda batas dan kocok hingga <u>homogen</u> Diukur absorbansi pada panjang gelombang 541 nm 20 ppm Diambil 40 ml dari baku induk ,dimasukkan labu ukur 100ml Ditambah aquadest hingga tanda batas dan kocok hingga homogen Diukur absorbansi pada panjang gelombang 541 nm **25** ppm Diambil 50 ml dari baku induk ,dimasukkan labu ukur 100ml Ditambah aquadest hingga tanda batas dan kocok hingga homogen Diukur absorbansi pada panjang gelombang 541 nm 30 ppm Diambil 60 ml dari baku induk ,dimasukkan labu ukur 100ml Ditambah aquadest hingga tanda batas dan kocok hingga homogen Diukur absorbansi pada panjang gelombang 541 nm

35 ppm

Diambil 70 ml dari baku induk ,dimasukkan labu ukur 100ml

Ditambah aquadest hingga tanda batas dan kocok hingga homogen

Diukur absorbansi pada panjang gelombang 541 nm

CATATAN: Alasan di buat variasi konsentrasi untuk membuat persamaan regresi kurva kalibrasi. Jika r mendekati 1 maka terdapat hubungan antara konsentrasi dengan serapan.

1.3 Prosedur Kerja

1.3.1Uji Kualitatif Kasar Disiankan samn

Disiapkan sampel,tusuk gigi dan kunyit

Ditusukkan tusuk gigi pada kunyit sampai kuning

Kemudian ditusukkan pada sempol

Dan didiamkan beberapa saat

Dicabut tuisuk gigi dan diamati bila terjadi perubahan warna menjadi merah menandakan positif mengandung boraks

1.3.2 Uji Kualitatif dengan kertas tumerik

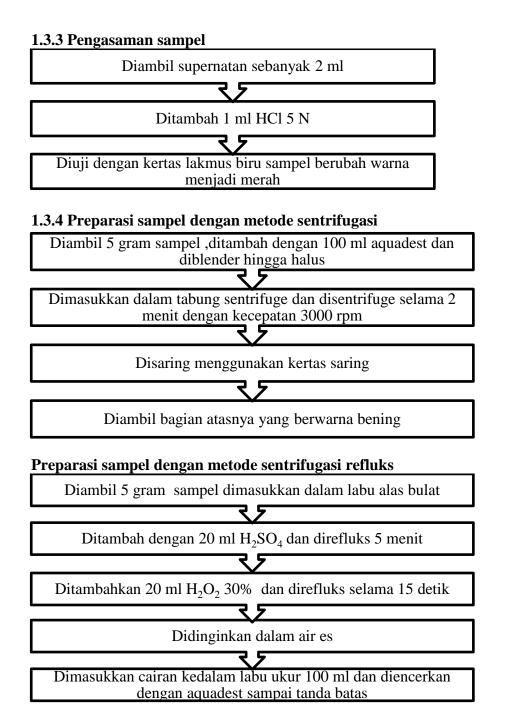
Diambil beberapa potong kunyit ukuran sedang

Ditumbuk dan disaring sehingga dihasilkan cairan kunyit

Kemudian ,dicelupkan kertas saring ke dalam cairan kunyit tersebut dan di keringkan dengan cara diangin-anginkan

Ditetesi kertas tumeric dengan supernatan yang telah di asamkan dengan HCl 5 N 1ml

Diamati perubahannya jika mengadung boraks maka kertas akan berubah menjadi warna jingga dan merah kecoklatan



Diambil 1 ml larutan induk boraks ,ditambah 1 ml NaOH 10 % dan di panaskan hingga kering Didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml larutan kurkumin 0,125% ,aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan hingga tidak terdapat warna kuning dan didiamkan pada suhu ruang 15 menit Ditambah beberapa tetes etanol 96% dan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml Disaring dengan kertas saring dan dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 541nm, 545 nm,dan 549 nm Dibuat 3 kali replikasi

Didinginkan pada lemari es Didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml larutan kurkumin 0,125%, aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan hingga tidak terdapat warna kuning dan didiamkan pada suhu ruang 15 menit Ditambah beberapa tetes etanol 96% dan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml Disaring dengan kertas saring dan dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 541 nm Dibuat 3 kali replikasi

1.4 Validasi Metode

1.4.1 Uji Linearitas Diambil 1 ml dari masing-masing variasi konsentrasi larutan boraks Ditambah 1 ml NaOH 10 % dan di panaskan hingga kering Didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml larutan kurkumin 0,125%, aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan hingga tidak terdapat warna kuning dan didiamkan pada suhu ruang 15 menit Ditambah beberapa tetes etanol 96% dan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml Disaring dengan kertas saring dan dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 541nm. Dibuat 3 kali replikasi

1.4.2 Uji Akurasi

Diambil 1 ml larutan induk boraks yang telah diekstraksi ditambah larutan baku induk boraks pada preparasi refluks 0,25 mL dan sentrifugasi 0,31 mL Ditambah 1 ml NaOH 10 % dan di panaskan hingga kering Didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml larutan kurkumin 0,125%, aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan hingga tidak terdapat warna kuning dan didiamkan pada suhu ruang 15 menit Ditambah beberapa tetes etanol 96% dan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml Disaring dengan kertas saring dan dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 541nm Dibuat 3 kali replikasi

1.4.3 Uji Presisi Diambil 1 ml sampel boraks yang telah diekstraksi Ditambah 1 ml NaOH 10 % dan di panaskan hingga kering Didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml larutan kurkumin 0,125%, aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es Ditambah 3 ml asam sulfat : asam asetat (1:1) dipanaskan hingga tidak terdapat warna kuning dan didiamkan pada suhu ruang 15 menit Ditambah beberapa tetes etanol 96% dan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml Disaring dengan kertas saring dan dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 541nm Dibuat 3 kali replikasi

1.5 Perhitungan

1.5.1 Larutan NaOH 10%

$$= \frac{10}{100} x 100 ml$$

= 10 gram NaOH dalam 100 ml

1.5.2 Larutan HCl 5N

HCl pekat

$$N = \frac{(10 \times 37\% \times 1,19) \times 1}{36,5} = 12,06 N$$

$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

$$V1 \times 12,06 N = 50 \text{ ml } \times 5N$$

$$V1 = \frac{250}{12,06}$$

$$= 20,729 \text{ ml}$$

1.5.3 Larutan Kurkumin 0,125%

$$0,125\% = \frac{0,125}{100} \times 100 \ ml = 0,125 \ gram = 125 \ mg \ dalam \ asam \ asetat$$

1.5.4 Pembuatan larutan boraks 99,5 % dari serbuk

$$99,5\% = 995.000 \text{ ppm}$$

$$\frac{99.5}{100}$$
 x 10 ml = 10 gram

1. 5.5 Pembuatan baku induk boraks 50 ppm

V1 x N1 = V2 x N2
V1 x 995.000 = 100 ml x 50

$$5 \cdot 10^{-3}$$
 ml = V2
 5μ l = V2

1.5.6 Pembuatan larutan variasi konsentrasi boraks

Larutan induk boraks 50 ppm dalam 100 ml. Dibuat variasi konsentrasi variasi konsentrasi 15 ppm,20 ppm ,25 ppm,30 ppm, dan 35 ppm dalam 100 ml aquadest .

$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

$$100 \times 15 = V2 \times 50$$

$$1500 = V2 \times 50$$

$$30 \text{ ml} = V2$$

b. 20 ppm

$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

 $100 \times 20 = V2 \times 50$
 $2000 = V2 \times 50$
 $40 \text{ ml} = V2$

c. 25 ppm

$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

$$100 \times 25 = V2 \times 50$$

$$2500 = V2 \times 50$$

$$50 = V2$$

d. 30 ppm

$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

 $100 \times 30 = V2 \times 50$
 $3000 = V2 \times 50$
 $60 = V2$

e. 35 ppm

$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

 $100 \times 35 = V2 \times 50$
 $3500 = V2 \times 50$
 $70 \text{ ml} = V2$

1.5.7 Perhitungan Standar Deviasi pada refluks

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (Xi - \bar{X})^2}{n - 1}}$$
$$= \sqrt{\frac{0,014822}{3 - 1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,014822}{2}}$$
$$= \sqrt{0,07411}$$
$$= 0,0860$$

1.5.8 Perhitungan Standar Deviasi pada sentrifugasi

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (Xi - \overline{X})^2}{n - 1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,003753}{3 - 1}}$$

$$= \sqrt{\frac{0,003753}{2}}$$

$$= \sqrt{0,0018765}$$

$$= 0,043$$

1.5.8 Perhitungan Ratio Standar Deviasi (RSD) pada refluks

RSD =
$$\frac{\text{SD}}{[\text{rata-rata analit}]} \times 100\%$$

= $\frac{0,0860}{4,267} \times 100\%$
= 2%

1.5.8 Perhitungan Ratio Standar Deviasi (RSD) pada sentrifugasi

RSD =
$$\frac{\text{SD}}{[\text{rata-rata analit}]} \times 100\%$$

= $\frac{0,043}{3,656} \times 100\%$
= 1,1%

1.5.9 Perhitungan %recovery pada refluks

Contoh: absorbansi 0,171 diperoleh kadar 4,830 ppm

% recovery
$$= \frac{konsentrasi\ spiking - konsentrasi\ sampel}{absorbansi\ standar}\ x\ 100\%$$
$$= \frac{4,830 - 4,267}{0,446}\ x\ 100\%$$
$$= 126,2\%$$

1.5.10 Perhitungan *%recovery* pada sentrifugasi

Contoh: absorbansi 0,154 diperoleh kadar 4,349
% recovery =
$$\frac{konsentrasi \, spiking - konsentrasi \, sampel}{absorbansi \, standar} \, x \, 100\%$$

$$= \frac{4,349 - 3,656}{0,563} \, x \, 100\%$$

$$= 123,0\%$$

1.5.11Perhitungan kadar boraks pada sentrifugasi menggunakan spektrofotometri visible

Contoh: absorbansi 0,139

$$y = 0.019x - 0.2149$$

$$0,139 = 0,019x - 0,2149$$

$$0,139 + 0,2149 = 0,019x$$

$$0,3539 = 0,019x$$

18,6 ppm =
$$x$$

1.5.12Perhitungan kadar boraks pada refluks menggunakan spektrofotometri visible

Contoh: absorbansi 0,154

$$y = 0.019x - 0.2149$$

$$0,154 = 0,019x - 0,2149$$

$$0,154 + 0,2149 = 0,019x$$

$$0,3689 = 0,019x$$

19,4 ppm =
$$x$$