

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR BORAKS PADA  
KERUPUK PULI YANG DIJUAL DI PASAR TRADISINONAL  
DESA NGUNUT MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER  
*UV-VIS***

**SKRIPSI**



**OPPIE ANNGELA**

**1613206018**

**PRODI S1 FARMASI  
STIKES KARYA PUTRA BANGSA  
TULUNGAGUNG  
2020**

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR BORAKS PADA  
KERUPUK PULI YANG DIJUAL DI PASAR TRADISINONAL  
DESA NGUNUT MENGGUNAKAN  
SPEKTROFOTOMETER  
*UV-VIS***

**SKRIPSI**

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai gelar Sarjana Farmasi

Program Studi S1 Farmasi

STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung



**OPPIE ANNGELA**

**1613206018**

**PRODI S1 FARMASI  
STIKES KARYA PUTRA BANGSA  
TULUNGAGUNG**

**2020**

SKRIPSI

VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR BORAKS PADA  
KERUPUK PULI YANG DIJUAL DI PASAR TRADISIONAL  
DESA NGUNUT MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER  
*UV-VIS*

Yang diajukan oleh:  
OPPIE ANNGELA

1613206018

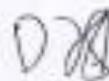


Pembimbing Utama,

Pembimbing Pendamping,



Alidatul Muzdifah, M.Si  
NIDN. 0708039102



apt. Dhanang Pratiwi N., M.Farm  
NIP. 15.87.01.02

SKRIPSI

**VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR BORAKS PADA KERUPUK  
PULI YANG DIJUAL DI PASAR TRADISIONAL DESA NGUNUT  
MENGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-VIS**

Oleh:

OPPIE ANNGELA

1613206018

Telah lolos uji etik dan dipertahankan di hadapan panitia penguji skripsi

Program studi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa

Tanggal : 28 Juli 2020

Ketua Penguji : Afidatul Muadifah, M.Si  
Anggota Penguji : 1. apt. Dhanang Prawira N., M.Farm  
: 2. apt. Ana Amalia, M.Farm  
: 3. Rahma Diyan Martha, S.Si., M.Sc



(*Afidatul Muadifah*)  
(*Dhanang Prawira N.*)  
(*Ana Amalia*)  
(*Rahma Diyan Martha*)

Mengetahui,  
Ketua STIKes Karya Putra Bangsa

dr. Denok Sri Utami, M.H  
NIDN. 0705096601

## **PERNYATAAN**

Dengan ini saya menyatakan bahwa dalam skripsi ini tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan diterbitkan dalam daftar pustaka.



Tulungagung, Juli 2020

Penulis,

Oppie Anngela

## KATA PENGANTAR

Dengan mengucap syukur kehadiran Allah SWT, yang telah melimpahkan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi. Adapun judul skripsi penelitian ini “Validasi Metode Penetapan Kadar Boraks pada Kerupuk Puli yang Dijual di Pasar Tradisional Desa Ngunut Menggunakan Spektrofotometer *UV-Vis*”.

Skripsi ini dibuat sebagai salah satu syarat melakukan penelitian pada program studi S1 Farmasi STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung.

Penulis menyadari bahwa selama masa perkuliahan hingga penelitian dan penyusunan skripsi ini telah memperoleh bantuan, bimbingan, dan motivasi dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. dr. Denok Sri Utami, M.H selaku ketua STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung.
2. apt. Dara Pranidya Tilarso, M.Farm selaku Kaprodi S1 Farmasi dan pembimbing akademik STIKes Karya Putra Bangsa Tulungagung.
3. Afidatul Muadifah, M.Si selaku pembimbing I yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini.
4. apt. Dhanang Prawira N., M.Farm selaku pembimbing II yang telah memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini belum sempurna. Oleh karena itu penulis mengharapkan saran dan kritik yang membangun demi perbaikan skripsi ini. Semoga proposal ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca.

Tulungagung, Juli 2020

Oppie Anngela

# VALIDASI METODE PENETAPAN KADAR BORAKS PADA KERUPUK PULI YANG DIJUAL DI PASAR TRADISIONAL DESA NGUNUT MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER *UV-VIS*

Oppie Anngela  
Prodi S1 Farmasi

## INTISARI

Kerupuk puli adalah kerupuk terbuat dari nasi yang diberi bumbu rempah dan penambah rasa. Banyak penjual kerupuk puli yang menjajakan dagangannya di pasar tradisional desa Ngunut, maka para penjual harus membuat atau mempersiapkan kerupuk sebaik mungkin sehingga kerupuknya dapat terjual. Dalam hal ini, kemungkinan besar beberapa produsen menambahkan bahan berbahaya (boraks) dalam pembuatan kerupuk puli. Tujuan penelitian ini adalah untuk melakukan validasi metode serta untuk mengetahui kadar boraks pada kerupuk puli yang dijual di pasar tradisional desa Ngunut menggunakan metode spektrofotometri *UV-Vis*. Optimasi panjang gelombang boraks pada rentang panjang gelombang 500-600 nm. Sampel yang telah dipreparasi dianalisis dengan menggunakan spektrofotometri *UV-Vis* pada panjang gelombang maksimum yaitu 506 nm. Selanjutnya dilakukan validasi metode antara lain, uji linieritas, uji akurasi, uji presisi, dan uji LOD & LOQ. Hasil dari penelitian ini diperoleh panjang gelombang optimum adalah 506 nm. Berdasarkan validasi metode yang telah dilakukan diperoleh hasil linieritas dalam rentang konsentrasi 5ppm; 20ppm; 35ppm; 50ppm; 65ppm dengan nilai koefisien korelasi  $R^2$  sebesar 0,993, %*recovery* sebesar 96,5 %, nilai presisi yang diperoleh sebesar 0,375%, dan nilai LOD sebesar 48,565 ppm sebesar dan nilai LOQ sebesar 161,381 ppm. Kadar boraks dalam sampel A sebesar  $1.380 \pm 1,824$  ppm, sampel B sebesar  $852,1 \pm 2,367$  ppm, sampel C sebesar  $1.373 \pm 1,824$  ppm, dan sampel D sebesar  $185,9 \pm 1,788$  ppm.

**Kata kunci:** *kerupuk puli, boraks, spektrofotometer UV-Vis*

**VALIDATION METHOD DETERMINATION OF BORAKS ON PULI  
CRACKERS SOLD IN THE TRADISINONAL MARKET OF NGUNUT  
VILLAGE USING UV-VIS SPECTROPHOTOMETER**

**Oppie Anngela  
Pharmacy S1 Study Program**

**ABSTRACT**

*Puli crackers are crackers made from rice seasoned with spices and flavor enhancer. Many of the Puli crackers are sellers who hawked their trades in the traditional market of Ngunut village, so the sellers have to make or prepare the crackers as well as possible so that the blinds can be sold. In this case, most likely some manufacturers add hazardous materials (borax) in the manufacturing of Puli crackers. The purpose of this research is to validate the method and to know the borax level of the Puli crackers sold in the traditional market of Ngunut village using the UV-Vis spectrophotometry method. Optimization of borax wavelengths at a wavelength range of 500-600 nm. The prepared samples were analyzed using UV-Vis spectrophotometry at the maximum wavelength of 506 nm. Further validation methods include, Linieritas test, accuracy test, precision test, and LOD Test & LOQ. The results of this study obtained the optimum wavelength is 506 nm. Based on the validation method that has been done obtained the results of interference linearity in the concentration range of 5ppm; 20ppm; 35ppm; 50ppm; 65PPM with a physical value of R<sup>2</sup> correlation of 0.993, %recovery by 96.5%, the precision value obtained by 0.375%, and the LOD value of 48.565 ppm amounting and a Loq value of 161.381 ppm. The Boracic level in sample A amounted to 1,380 ± 1.824 ppm, sample B of 852.1 ± 2.367 ppm, sample C of 1,373 ± 1.824 ppm, and sample D of 185.9 ± 1.788 ppm.*

**Keywords:** *puli crackers, boraks, UV-Vis spectrophotometer*

## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
LEMBAR PERSETUJUAN .....	ii
LEMBAR PENGESAHAN .....	iii
PERNYATAAN .....	iv
KATA PENGANTAR .....	v
INTISARI.....	vi
ABSTRACT .....	vii
DAFTAR ISI .....	viii
DAFTAR TABEL .....	x
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
DAFTAR PERSAMAAN .....	xii
BAB I PENDAHULUAN .....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah .....	2
1.3 Tujuan Penelitian.....	3
1.4 Manfaat Penelitian.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA .....	4
2.1 Bahan Tambahan Pangan.....	4
2.2 Boraks.....	5
2.2.1 Sifat Fisikokimia .....	5
2.2.2 Kegunaan Boraks.....	6
2.2.3 Dampak Terhadap Kesehatan .....	6
2.3 Kerupuk Puli .....	7
2.4 Spektrofotometri <i>UV-Vis</i> .....	8
2.5 Validasi Metode.....	11
2.5.1 Uji Linieritas .....	11
2.5.2 Uji Akurasi.....	11
2.5.3 Uji Presisi.....	12
2.5.4 Uji LOD & LOQ .....	13

BAB III METODOLOGI PENELITIAN.....	14
3.1 Bahan.....	14
3.2 Alat.....	14
3.3 Sampel .....	14
3.4 Variabel Penelitian.....	14
3.4.1 Variabel Bebas.....	14
3.4.2 Variabel Terikat .....	15
3.5 Metode Penelitian.....	15
3.5.1 Uji Organoleptis .....	15
3.5.2 Preparasi Sampel .....	15
3.5.3 Validasi Metode.....	15
3.5.4 Metode Analisis .....	18
3.6 Skema Penelitian .....	19
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....	20
4.1 Analisa kualitatif.....	20
4.1.1 Uji kualitatif dengan kertas tumerik.....	20
4.2 Optimasi Panjang Gelombang.....	22
4.3 Validasi Metode.....	24
4.2.1 Hasil uji linieritas .....	24
4.2.2 Hasil uji akurasi .....	25
4.2.3 Hasil uji presisi .....	26
4.2.4 Uji LOD & LOQ .....	27
4.4 Analisa kuantitatif .....	27
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	30
5.1 Kesimpulan.....	30
5.2 Saran.....	30
DAFTAR PUSTAKA .....	31
LAMPIRAN .....	34

## DAFTAR TABEL

TABEL	Hal
Tabel 2.1 Hubungan antara warna dengan panjang gelombang sinar tampak .	10
Tabel 2.2 Nilai persen <i>recovery</i> berdasarkan nilai konsentrasi sampel .....	12
Tabel 4.1 Hasil uji dengan kertas tumerik .....	21
Tabel 4.2 Nilai absorbansi larutan boraks dengan spektrofotometri <i>UV-Vis</i> ...	24
Tabel 4.3 Perolehan kembali ( <i>% recovery</i> ) .....	26
Tabel 4.4 Hasil uji presisi.....	26
Tabel 4.5 Hasil uji LOD & LOQ .....	27
Tabel 4.6 Hasil uji kuantitatif.....	28



## DAFTAR GAMBAR

GAMBAR	Hal
Gambar 2.1 Struktur molekul boraks.....	5
Gambar 2.2 Kerupuk puli.....	7
Gambar 2.3 Skema kerja Spektrofotometri <i>UV-Vis</i> .....	9
Gambar 4.1 Hasil uji dengan kertas tumerik.....	20
Gambar 4.2 Reaksi pembentukan senyawa rosasianin .....	22
Gambar 4.3 Optimasi panjang gelombang boraks.....	23
Gambar 4.4 Kurva kalibrasi standar boraks .....	25



## DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN	Hal
Lampiran 1 Pembuatan larutan.....	34
Lampiran 2 Uji kualitatif.....	37
Lampiran 3 Optimasi panjang gelombang .....	38
Lampiran 4 Validasi metode .....	40
Lampiran 5 Uji kuantitatif.....	53



## DAFTAR PERSAMAAN

PERSAMAAN	Hal
Persamaan 2.1 % <i>recovery</i> .....	12
Persamaan 2.2 RSD .....	12
Persamaan 2.3 LOD & LOQ .....	13
Persamaan 3.1 % <i>recovery</i> .....	16
Persamaan 3.2 RSD .....	17
Persamaan 3.3 Penetapan kadar .....	18



# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Kerupuk merupakan salah satu makanan khas masyarakat Indonesia, khususnya masyarakat Jawa Timur. Kerupuk puli banyak disukai oleh kalangan anak-anak sampai orang dewasa, baik masyarakat pedesaan sampai masyarakat dipertanian yang mengkonsumsi kerupuk sebagai makanan pendamping ataupun makanan ringan. Jenis kerupuk di Indonesia sangat beragam seperti, kerupuk udang, kerupuk rengginang, kerupuk kulit, dan kerupuk beras atau yang biasa disebut kerupuk puli. Kerupuk puli adalah kerupuk terbuat dari nasi yang diberi bumbu rempah dan penambah rasa (Winarno, 2004). Tahun 2019 Tim Keamanan Pangan Daerah (TKPD) Tulungagung menemukan kerupuk puli yang diduga mengandung boraks. Berdasarkan pengamatan yang dilakukan terlihat banyak yang menjual kerupuk puli dan masyarakat masih banyak yang membeli kerupuk puli dipasar.

Pasar tradisional Ngunut merupakan salah satu pasar rakyat terbesar di kabupaten Tulungagung yang biasa digunakan masyarakat untuk berbelanja kebutuhan sehari-hari, sehingga tidak menutup kemungkinan banyak penjual kerupuk puli yang menjajakan dagangannya, dari banyaknya kerupuk puli yang dijajakan para penjual akan bersaing untuk menjadikan kerupuk agar diminati oleh masyarakat. Oleh karena itu, para penjual harus membuat atau mempersiapkan kerupuk sebaik mungkin sehingga kerupuknya dapat terjual. Dalam hal ini, kemungkinan besar beberapa produsen menambahkan bahan berbahaya (boraks) dalam pembuatan kerupuk puli yang mana merupakan Bahan Tambahan Pangan (BTP) yang dilarang penggunaannya pada makanan. Masyarakat awam mengenal boraks dengan nama *Bleng*. Sebagaimana pada penelitian Suparsi (2018) menyatakan bahwa hasil uji kualitatif dan uji kuantitatif kerupuk puli yang dijual di empat pasar tradisional Kabupaten Tanggamus

terhadap sampel, 6 sampel atau 75% positif terdeteksi mengandung boraks dengan kadar boraks berkisar antara 46,75  $\mu\text{g/g}$  hingga 107  $\mu\text{g/g}$ .

Kerupuk yang mengandung boraks jika dikonsumsi secara terus-menerus dan dalam jangka waktu lama dapat mengakibatkan dampak negatif bagi kesehatan berupa keracunan kronik seperti penumpukan di otak, tulang, dan bagian tubuh lainnya. Menyebabkan kerusakan pada hati, sistem kardiovaskular, Sistem Saraf Pusat (SSP), sistem saraf perifer, sistem hematologi, sistem saluran kemih (ginjal, ureter, kandung kemih), dan endokrin. Organ target kedua setelah otak, yang ditemukan menyimpan boraks dalam jumlah tinggi adalah hati (Rahayu, 2011).

Salah satu metode analisis kuantitatif yang digunakan dalam penelitian ini yaitu menggunakan spektrofotometri *UV-Vis*, karena metode sederhana dan analit dalam sampel (boraks) dapat terdeteksi pada daerah panjang gelombang visibel (400-750 nm) (Suparsi *et al.*, 2018). Suatu metode penelitian perlu dilakukan validasi untuk membuktikan bahwa hasil yang diperoleh merupakan hasil yang akurat dan memenuhi persyaratan untuk penggunaannya.

Berdasarkan uraian di atas penelitian ini bertujuan untuk melakukan validasi metode dan penetapan kadar boraks pada kerupuk puli yang dijual di pasar tradisional desa Ngunut yang mana belum pernah ada penelitian yang membuktikan kandungan boraks pada kerupuk puli.

## 1.2 Rumusan Masalah

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

1. Apakah metode yang digunakan untuk mengukur kadar boraks pada kerupuk puli yang dijual di pasar tradisional desa Ngunut menggunakan spektrofotometri *UV-Vis* memenuhi parameter validasi metode ?
2. Berapakah kandungan boraks pada kerupuk puli yang dijual di pasar tradisional desa Ngunut menggunakan spektrofotometer *UV-Vis* ?

### 1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah diatas, maka tujuan penelitian ini adalah :

1. Untuk mengetahui apakah metode spektrofotometri *UV-Vis* yang digunakan untuk validasi metode penetapan kadar boraks kerupuk puli yang dijual di pasar tradisinonal desa Ngunut telah memenuhi parameter validasi metode.
2. Mengetahui kadar boraks pada kerupuk puli yang dijual di pasar tradisinonal desa Ngunut menggunakan spektrofotometer *UV-Vis*.

### 1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharap memberikan manfaat berupa :

1. Manfaat untuk peneliti

Penelitian ini diharapkan dapat menambah pengetahuan terkait validasi metode penetapan kadar boraks menggunakan spektrofotometri *UV-Vis*.

2. Manfaat untuk instansi

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi ilmiah mengenai validasi metode penetapan kadar boraks menggunakan spektrofotometri *UV-Vis* sebagai bahan rujukan dan atau referensi penelitian selanjutnya.

3. Manfaat untuk masyarakat

Dapat memberikan informasi kepada masyarakat mengenai kadar borkas yang terkandung pada kerupuk puli yang dijual di pasar tradisional desa Ngunut

4. Manfaat untuk peneliti lain

Dapat digunakan sebagai bahan referensi dan informasi untuk melakukan penelitian lebih lanjut tentang validasi metode dan penetapan kadar boraks pada kerupuk puli.

## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

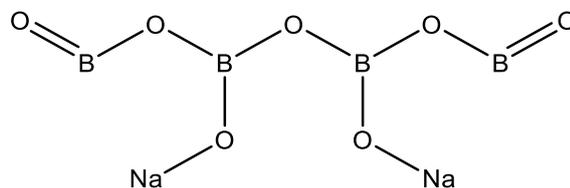
#### **2.1 Bahan Tambahan Pangan**

Bahan tambahan pangan (BTP) adalah bahan yang bukan merupakan komponen khas dalam suatu makanan baik yang memiliki nilai gizi atau sengaja ditambahkan ke dalam suatu pangan (Cahyadi, 2008). Pemberian bahan tambahan pada makanan dan minuman sudah menjadi hal biasa dilakukan oleh masyarakat. Bahan tambahan makanan berarti bahan apapun yang biasanya tidak dimakan sendiri sebagai suatu makanan dan biasanya tidak digunakan sebagai bahan-bahan khas untuk makanan, baik mempunyai nilai gizi atau tidak, yang bila ditambahkan dengan sengaja pada makanan untuk teknologi termasuk (organoleptik) dalam pembuatan, pengolahan, penyiapan, perlakuan, pengepakan, pengemasan, pengangkutan atau penanganan makanan atau dapat diharapkan (secara langsung atau tidak langsung) terhadap makanan itu atau hasil sampingannya menjadi bagian komponen makanan itu atau mempengaruhi ciri-ciri makanan itu (Depkes, 1999).

Beberapa Bahan tambahan yang dilarang digunakan dalam makanan, menurut Permenkes RI No. 772/Menkes/Per/IX/88, sebagai berikut: boraks, formalin, minyak nabati yang dibrominasi, kloramfenikol, kalium Klorat, dietilpirokarbonat, nitrofuranzon, P-Phenetilkarbamida, asam salisilat dan garamnya (Depkes, 1988).

## 2.2 Boraks

Boraks merupakan senyawa kimia yang mengandung unsur boron (B). Boraks merupakan kristal lunak tidak berwarna. Boraks termasuk kelompok mineral borat, suatu jenis senyawa kimia alami yang terbentuk dari boron (B) dan oksigen ( $O_2$ ). Beberapa jenis boraks jarang ditemui dan terjadi pada daerah tertentu saja, sebaliknya beberapa di antaranya, misalnya boraks, kernite ( $Na_2B_4O_7 \cdot 4H_2O$ ) dan colemanite ( $Ca_2B_6O_{11} \cdot 5H_2O$ ) secara komersial ditambang untuk pembuatan boraks, boraks serta berbagai garam boron sintesis (Winarno, Titi, 1994).



Gambar 2.1 Struktur molekul boraks (natrium tetra borat) (Wardayati, 2012)

Boraks mempunyai ciri hablur transparan tidak berwarna atau serbuk hablur putih dan tidak berbau. Larutannya bersifat basa terhadap fenofalen. Di udara kering merapuh. hablur sering dilapisi serbuk warna putih. Larut dalam 20 bagian air; 0,6 bagian air mendidih dan 1 bagian gliserol, praktis tidak larut dalam etanol (Reynold, 1982; Farmakope IV, 1995; Farmakope III, 1979).

Boraks yang disebut juga natrium tetra borat merupakan pembersih, fungisida, herbisida, dan insektisida yang bersifat toksik atau racun bagi manusia (Yuliarti, 2007).

### 2.2.1 Sifat Fisikokimia

Senyawa boraks ini mempunyai sifat-sifat kimia sebagai berikut: titik lebur sekitar  $171^\circ C$ . Larut dalam 18 bagian air dingin, 4 bagian air mendidih, 5 bagian gliserol 85% dan tak larut dalam ester. Kelarutan dalam air bertambah dengan penambahan asam klorida, asam sitrat, atau asam tartarat. Mudah menguap dengan pemanasan dan kehilangan satu molekul air nya pada suhu  $100^\circ C$  yang secara perlahan berubah menjadi asam metaborat ( $HBO_2$ ). Boraks merupakan asam lemah dan garam alkalinnya bersifat basa. Satu gram boraks larut sempurna

dalam 30 bagian air, menghasilkan larutan yang jernih dan tak berwarna. Boraks tak tercampur dengan alkali karbonat dan hidroksida. (Cahyadi, 2006)

### **2.2.2 Kegunaan Boraks**

Boraks adalah pestisida biasanya digunakan untuk membunuh tungau, jamur, tanaman dan serangga termasuk kutu, rayap, kecoa dan jamur pembusukan, selain itu juga digunakan dibanyak bidang seperti antiseptik. Banyak laporan menunjukkan yang keracunan asam borat terjadi karena penyalahgunaan produk rumah tangga dan penggunaan ilegal dari boraks dalam produk makanan (See, 2010). Boraks telah lama disalahgunakan sebagai zat aditif dalam berbagai makanan. Sejak boraks diketahui efektif terhadap ragi, jamur dan bakteri. Selain itu, juga dapat digunakan untuk meningkatkan elastisitas dan kerenyahan makanan (See, 2010).

### **2.2.3 Dampak Terhadap Kesehatan**

Mengonsumsi boraks dalam makanan tidak secara langsung berakibat buruk, namun sifatnya terakumulasi (tertimbun) sedikit demi sedikit di dalam organ hati, otak, ginjal dan testis (Artika, 2009).

Boraks diabsorpsi secara cepat oleh saluran cerna, kulit yang terbakar, dan pada kulit yang terluka. Namun boraks tidak diabsorpsi secara baik pada kulit yang utuh. Boraks didistribusikan ke seluruh tubuh dan memiliki afinitas yang besar terhadap hati, otak, dan ginjal, sehingga dapat terakumulasi pada organ tersebut (Goodman, 1975; Winarno, 1994; Haddad *et al.*, 1990).

Makanan yang mengandung boraks dapat menyebabkan dampak negatif bagi tubuh dimana pada dosis tertinggi yaitu 10-20 gr/kg berat badan orang dewasa dan 5 gr/kg berat badan anak-anak akan menyebabkan keracunan bahkan kematian. Sedangkan dosis terendah yaitu dibawah 10-20 gr/kg berat badan orang dewasa dan kurang dari 5 gr/kg berat badan anak-anak, jika sering dikonsumsi akan menumpuk/terakumulasi di otak, hati, lemak dan ginjal yang pada akhirnya dapat memicu terjadinya kanker (Yuliarti, 2007).

Keracunan boraks terjadi karena absorpsi yang berlangsung dengan segera dari saluran pencernaan makanan, kulit yang terluka, lecet, atau terbakar yang

mendapat pengobatan secara berulang-ulang dengan serbuk atau larutan asam borat. Selain itu, ekskresi boraks yang lambat juga memperbesar terjadinya akumulasi akibat penggunaan berulang. Keracunan lebih mudah terjadi pada bayi dan anak-anak dibandingkan orang dewasa. Keracunan dapat bersifat akut (dalam waktu sementara) maupun kronis (dalam waktu yang lama) dengan manifestasi yang utama adalah kulit mengelupas, demam, dan anuria. Gejala keracunan boraks akut meliputi rasa mual, muntah-muntah, diare, kejang perut, bercak-bercak pada kulit, temperatur tubuh menurun, ruam eritema kulit yang menyerupai campak, kerusakan pada ginjal, gelisah dan lemah juga dapat terjadi akibat kolap pernafasan. Sedangkan pada keracunan kronik dapat menyebabkan demam, anoreksia, kerusakan ginjal, depresi, dan bingung (Haddad *et al.*, 1990; Dreisbach, 1974; Gosselin *et al.*, 1984). Boraks tidak hanya diserap melalui pencernaan namun juga dapat diserap melalui kulit. Boraks yang terserap kedalam tubuh dalam jumlah kecil akan dikeluarkan melalui air kemih dan tinja, serta sangat sedikit melalui keringat. Boraks juga dapat mengganggu enzim-enzim metabolisme (Artika, 2009).

### 2.3 Kerupuk Puli

Kerupuk puli adalah kerupuk yang dibuat dari nasi yang diberi bumbu rempah dan penambah rasa. Kerupuk puli merupakan makanan ringan yang banyak diproduksi di pulau Jawa.



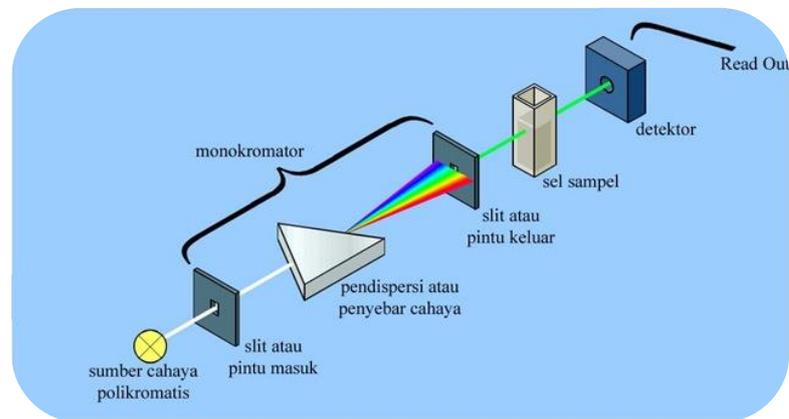
Gambar 2.2 Kerupuk puli (pondokrunan.myolsera.com)

Kerupuk puli memiliki cita rasa yang gurih terkadang digunakan untuk teman makan. Kerupuk puli banyak dijual di pasar tradisional tetapi kebanyakan hanya tersedia dengan kondisi mentah. Untuk mendapatkan kerupuk yang gurih dan dapat mengembang kadang ditambahkan boraks atau ditambahkan tepung tapioka agar adonan mentahnya menjadi kenyal dan padat. Penambahan boraks pada kerupuk bisa memperbaiki tekstur kerupuk, sehingga menghasilkan kerupuk yang bagus dan menarik. Kerupuk yang mengandung boraks kalau digoreng akan mengembang, empuk, teksturnya bagus, dan renyah (Fitry A, 2017).

#### **2.4 Spektrofotometer *UV-Vis***

Spektrofotometer *UV-Vis* adalah alat yang digunakan untuk mengukur serapan yang dihasilkan dari interaksi kimia antara radiasi elektromagnetik dengan molekul atau atom dari suatu zat kimia pada daerah panjang gelombang *UV-Vis* (180 - 400nm) (FI edisi IV, 1995).

Jangkauan panjang gelombang yang tersedia untuk pengukuran membentang dari panjang gelombang pendek ultraviolet sampai ke garis inframerah (180 – 700 nm). Penggunaan utama spektroskopi *UV-Vis* adalah dalam analisis kuantitatif. Penentuan kadar senyawa organik yang mempunyai struktur kromofor atau mengandung gugus kromofor, serta mengabsorpsi radiasi *UV-Vis* penggunaannya cukup luas. Penentuan kadar dilakukan dengan mengukur absorpsi pada panjang gelombang maksimum (puncak kurva), agar dapat memberikan absorpsi tertinggi untuk setiap konsentrasi (Kokasih *et al.*, 2004).



Gambar 2.3 Skema kerja spektrofotometer *UV- Vis* (Sumber: wocono.wordpress.com)

Spektrofotometer sederhana terdiri dari:

1. Sumber radiasi

Sumber radiasi monokromator kuvet detektor amplifier rekorder 21 Sumber cahaya berasal dari lampu Deutrium (HO) untuk UV dengan panjang gelombang 180- 400nm dan lampu Tungsten (wolfran) untuk Vis dengan panjang gelombang 400- 800nm.

2. Monokromator

Monokromator merupakan alat yang berfungsi sebagai penyeleksi cahaya dengan panjang gelombang tertentu. Monokromator akan memisahkan radiasi cahaya putih yang polikromatis menjadi cahaya monokromatis (mendekati monokromatis).

3. Kuvet

Umumnya spektrofotometer melibatkan larutan, dengan demikian diperlukan wadah untuk menempatkan larutan. Kuvet berbentuk jajaran genjang lebih tepat untuk pengukuran karena cahaya akan jatuh dengan sudut tegak lurus pada permukaan kuvet. pemeriksaan yang memerlukan UV sebaiknya kuvet dari kwartz. Diameter standar kuvet adalah 1 cm.

#### 4. Detektor

Fungsinya mengubah energi radiasi yang jatuh mengenainya menjadi suatu besaran yang dapat diukur.

#### 5. Amplifier

Fungsinya untuk memperkuat sinyal listrik.

#### 6. Recorder

Alat untuk mencatat, dapat berupa gambar/ angka-angka.

Warna sinar data 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. (Kokasih *et al.*, 2004).

Tabel. 2.1 Hubungan antara warna dengan panjang gelombang sinartampak (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

## 2.5 Validasi Metode

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

### 2.5.1 Uji Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode analisis yang memberikan respon yang secara langsung atau dengan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel (Riyanto, 2011).

Uji linieritas 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 korelasi 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).

### 2.5.2 Uji Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi sering dinyatakan dalam persen perolehan kembali (*% Recovery*) analit yang ditambahkan. Akurasi dapat ditentukan melalui dua acara, yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau penambahan baku (*standart addition method*). Dalam metode simulasi, sejumlah analit bahan murni ditambahkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi kemudian dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang ditambahkan (kadar sebenarnya). Dalam metode penambahan baku, sampel dianalisis kemudian sejumlah tertentu analit yang diperiksa ditambahkan ke dalam sampel dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan

kadar yang sebenarnya. Perhitungan % *recovery* dapat ditentukan dengan rumus sebagai berikut : (Riyanto, 2011)

$$\% Recovery = \frac{\text{konsentrasi spiking} - \text{konsentrasi sampel}}{\text{absorbansi standar}} \times 100\% \dots\dots (2.1)$$

Rentang kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit dapat dilihat pada tabel 2.2

Tabel 2.2 Nilai persen *recovery* berdasarkan nilai konsentrasi sampel (Harmita, 2004)

Analit pada matriks sampel	<i>Recovery</i> yang diterima (%)
$10 < A \leq 100$ (%)	98-102
$1 < A \leq 10$ (%)	97-103
$0,1 < A \leq 1$ (%)	95-105
$0,001 < A \leq 0,1$ (%)	90-107
$100 \text{ ppb} < A \leq 1 \text{ ppm}$	80-110
$10 \text{ ppb} < A \leq 100 \text{ ppb}$	60-115
$1 \text{ ppb} < A \leq 10 \text{ ppb}$	40-120

### 2.5.3 Uji Presisi

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

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.

$$RSD = \frac{\text{Standar Deviasi (SD)}}{\text{konsentrasi rata-rata analit dalam sampel}} \times 100\% \dots\dots\dots (2.2)$$

$RSD \leq 1\%$  = sangat teliti

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

$2\% \leq \text{RSD} \leq 5\%$       = ketelitian sedang  
 $\text{RSD} > 5\%$                 = ketelitian rendah

#### 2.5.4 Uji LOD & LOQ

Limit Deteksi (LOD) adalah konsentrasi atau jumlah terkecil/terendah dari analit dalam sampel yang dapat terdeteksi, tetapi tidak perlu terkuantisasi sehingga nilai yang dihasilkan tidak harus memenuhi kriteria akurasi dan presisi. Analisis dilakukan menggunakan alat/instrumen maka limit deteksi dan kuantisasi ditentukan dengan mengukur respon blanko beberapa kali selanjutnya ditentukan simpangan baku respon blanko. Nilai limit deteksi dan kuantisasi dapat ditentukan dengan persamaan (Yulia, 2010):

$$LOD = \frac{3 \times SD}{slope} \quad LOQ = \frac{10 \times SD}{slope} \quad \dots (2.3)$$

Keterangan :

LOD = Batas deteksi

LOQ = Batas kuantitasi

SD = Standar Deviasi

Slope = nilai b pada persamaan

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Bahan**

Bahan yang digunakan dalam analisa ini meliputi HCl pekat, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, larutan kurkumin 0,125%, NaOH 10%, CH<sub>3</sub>COOH, alkohol, standar boraks, 4 sampel kerupuk puli.

#### **3.2 Alat**

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sentrifuge, tabung sentrifuge, pipet, blender, labu ukur, oven, spektrofotometer, kertas saring, tabung reaksi, mortar, stemper, neraca analitik, gelas beaker, batang pengaduk, cawan porselin, kertas tumerik, lemari es.

#### **3.3 Sampel**

Dalam penelitian ini teknik sampling yang digunakan adalah *purposive sampling*. Menurut Sugiyono (2017), *purposive sampling* adalah teknik penentuan sampel dengan pertimbangan tertentu. Alasan pemilihan sampel dengan menggunakan *purposive sampling* adalah karena tidak semua sampel memiliki kriteria sesuai dengan yang telah penulis tentukan. Oleh karena itu, sampel yang dipilih sengaja ditentukan berdasarkan kriteria tertentu yang telah ditentukan oleh penulis yaitu kerupuk puli yang mempunyai warna mencolok dan tekstur yang renyah (Suparsi *et al.*, 2018). Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah kerupuk puli yang berjumlah 4 sampel yang berbeda dibeli di pasar tradisional desa Ngunut dan telah dilakukan uji kualitatif yang diduga positif mengandung boraks.

#### **3.4 Variabel Penelitian**

##### **3.4.1 Variabel Bebas**

Variabel bebas yang digunakan dalam penelitian ini adalah kerupuk puli.

### **3.4.2 Variabel Terikat**

Variabel terikat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kadar boraks pada kerupuk puli.

## **3.5 Metode Penelitian**

Metode Penelitian yang digunakan dalam penelitian ini adalah eksperimen/percobaan. Identifikasi keberadaan boraks pada kerupuk puli dilakukan dengan uji kualitatif dan kuantitatif menggunakan spektrofotometri uv-vis.

### **3.5.1 Uji Organoleptis**

Diambil beberapa potong kerupuk puli, diamati warna dan tekstur kerupuk. Kerupuk yang dijadikan sampel yaitu kerupuk yang mempunyai warna yang mencolok dan tekstur yang renyah.

### **3.5.2 Preparasi Sampel**

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

### **3.5.3 Validasi Metode**

#### **3.5.3.1 Uji Linieritas**

Larutan standart boraks dibuat variasi konsentrasi 5 ppm, 20 ppm, 35 ppm, 50 ppm, 65 ppm. Diambil masing-masing sebanyak 1 mL dan dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah 1 mL NaOH 10% kemudian dipanaskan cawan di atas penangas air sampai kering. Didinginkan dalam lemari es.

Ditambahkan 3 mL larutan kurkumin 0,125% dipanaskan sambil diaduk-aduk selama 5 menit dan didinginkan pada lemari es. Ditambahkan 3 mL asam sulfat : asam asetat dengan perbandingan (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 spektrofotometri pada panjang gelombang 506 nm.

Hasil absorbansi masing-masing konsentrasi kemudian dihitung rata-ratanya dibuat kurva baku dengan memasukkan sumbu x (konsentrasi standart) 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 di ekstraksi, dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah 1 mL NaOH 10% kemudian dipanaskan 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 samapi tidak berwarna 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 506 nm dan dilakukan 3 kali replikasi.

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

### 3.5.3.3 Uji Presisi

Diambil 1 mL larutan sampel, dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah 1 ml NaOH 10%. Kemudian dipanaskan di atas penangas air samapai 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 absrbansi menggunakan

spektrofotometer pada panjang gelombang 506 nm. Dilakukan replikasi sebanyak 3 kali.

Hasil absorbansi masing-masing konsentrasi kemudian dihitung rata-ratanya. Parameter tingkat presisi berdasarkan nilai *Relatif Standar Deviasi* (RSD) dari beberapa konsentrasi analit dalam sampel dihitung melalui persamaan (Riyanto, 2011)

$$\text{RSD} = \frac{\text{standar deviasi (SD)}}{\text{konsentrasi rata-rata analit dalam sampel}} \times 100\% \dots (3.2)$$

RSD ≤ 1%	= sangat teliti
1% ≤ RSD ≤ 2%	= teliti
2% ≤ RSD ≤ 5%	= ketelitian sedang
RSD > 5%	= ketelitian rendah

#### 3.5.3.4 Uji LOD & LOQ

Diambil 1 mL sampel , dimasukkan ke dalam cawan porselin, ditambah 1 mL NaOH 10% kemudian dipanaskan 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 samapi tidak berwarna 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 506 nm dan dilakukan 3 kali replikasi.

### 3.5.4 Metode Analisis

#### 3.5.4.1 Uji Kualitatif dengan Kertas Kurkumin

Disiapkan sampel kerupuk puli yang telah dihaluskan, masukkan pada cawan poselin secukupnya. Ditambahkan HCl pekat sebanyak 15 tetes, aduk sampai homogen. Kemudian larutan diteteskan pada kertas kurkumin yang telah disiapkan. Jika warna kertas kurkumin menjadi merah kecoklatan maka positif (+) boraks.

#### 3.5.4.2 Uji Kuantitatif dengan Spektrofotometri *UV-Vis*

Diambil 1 mL sampel yang telah dipreparasi, 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 dengan perbandingan (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 506 nm.

Rumus penentuan kadar menggunakan persamaan linieritas :

$$y = ax + b \quad \dots\dots (3.3)$$

Keterangan :

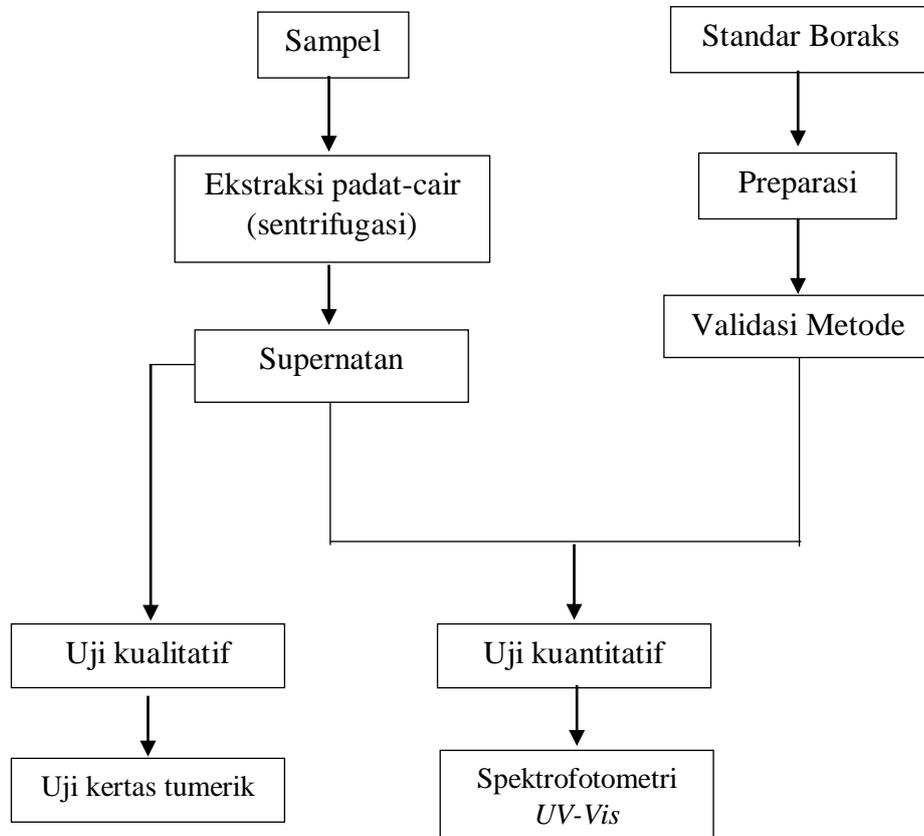
y = absorbansi

a = nilai a pada persamaan

x = kadar analit

b = slope/nilai b pada persamaan

### 3.6 Skema Penelitian



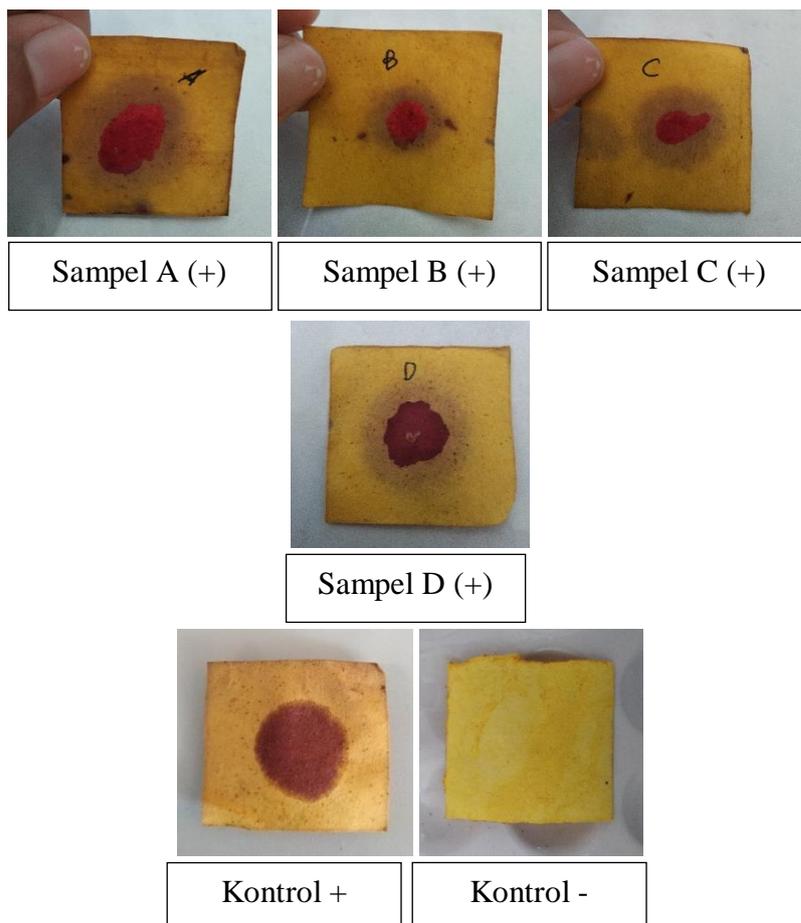
## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian ini telah dilakukan analisis untuk mengetahui kadar boraks dalam kerupuk puli. Analisis dilakukan menggunakan instrumen spektrofotometer *UV-Vis*. Tahapan analisis yang dilakukan yaitu optimasi panjang gelombang dengan menggunakan spektrofotometer *UV-Vis*, validasi metode yang meliputi uji linieritas, uji akurasi, uji presisi, uji LOD & LOQ, dan penetapan kadar boraks dengan menggunakan spektrofotometri *UV-Vis*.

#### 4.1 Analisa kualitatif

##### 4.1.1 Uji kualitatif dengan kertas tumerik



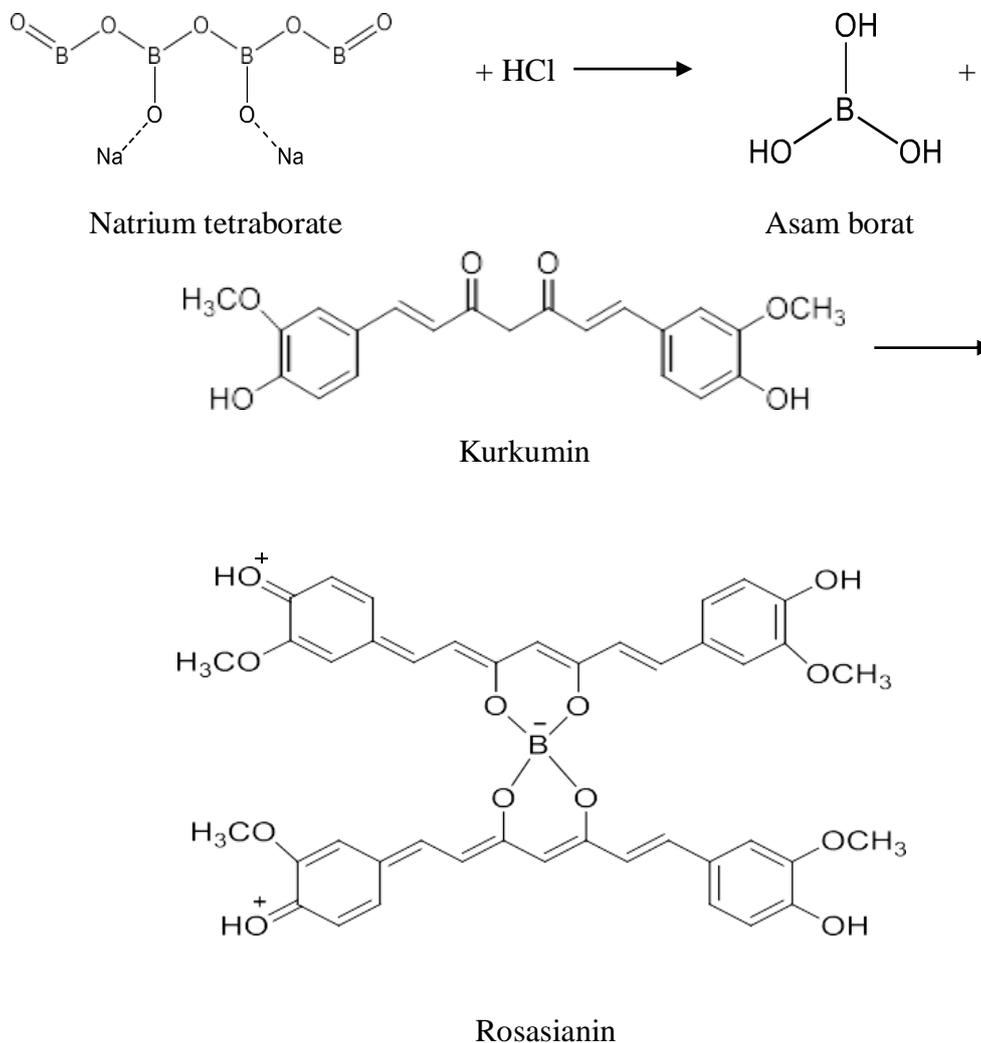
Gambar 4.1 Hasil Uji dengan kertas tumerik

Tabel 4.1 Hasil Uji dengan kertas tumerik

<b>Sampel</b>	<b>Hasil</b>	<b>Keterangan</b>
Sampel A	+	Warna kuning menjadi kemerahan
Sampel B	+	Warna kuning menjadi kemerahan
Sampel C	+	Warna kuning menjadi kemerahan
Sampel D	+	Warna kuning menjadi kemerahan

Berdasarkan gambar 4.1 diperoleh 4 sampel diduga positif mengandung boraks yang ditandai warna kertas tumerik yang berubah warna. Warna kemerahan yang dihasilkan dapat dibedakan dengan kertas kurkumin yang menjadi kontrol negatif. Kontrol negatif pada penelitian ini menggunakan kertas tumerik yang hanya ditetesi dengan pelarut (aquadest) saja tanpa adanya senyawa yang akan dianalisis (boraks). Berdasarkan penelitian Suparsi (2018), hasil uji dengan kertas kurkumin dari 8 sampel terdapat 6 sampel teridentifikasi adanya boraks, yang diamati terjadinya perubahan warna pada kertas kurkumin dari warna kuning menjadi merah kecoklatan. pada penelitian muharrami (2015), hasil analisis yang telah dilakukan pada penelitian yang berjudul analisis kualitatif kandungan boraks pada krupuk puli di kecamatan kamal menunjukkan bahwa semua sampel (10 sampel kerupuk puli) positif mengandung senyawa boraks, analisis positif ditandai dengan perubahan warna pada kertas kurkumin dari kuning menjadi merah kecoklatan.

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



Gambar 4.2 Reaksi pembentukan senyawa rosasianin (Hardianti, 2016)

#### 4.2 Optimasi Panjang Gelombang

Penentuan panjang gelombang optimum boraks bertujuan agar dapat mengetahui daerah dimana boraks memberikan serapan maksimal yang dapat diabsorpsi oleh alat spektrofotometer *UV-Vis*, sehingga dapat dihasilkan nilai berupa absorbansi. Salah satu metode analisis kuantitatif yang digunakan dalam penelitian ini yaitu menggunakan spektrofotometer *UV-Vis*. Suatu metode penelitian perlu dilakukan validasi untuk membuktikan bahwa hasil yang diperoleh merupakan hasil yang akurat dan memenuhi persyaratan untuk

penggunaannya. Validasi metode penetapan kadar boraks pada penelitian ini menggunakan alat spektrofotometer *UV-Vis*. Metode ini pengerjaannya mudah dan sederhana namun cukup sensitif dan selektif. Selain itu metode ini juga mempunyai kepekaan analisis yang cukup tinggi dan pengerjaannya yang relatif murah (Suparsi *et al.*, 2018). Berdasarkan penelitian Rusli (2009), penentuan panjang gelombang didapatkan panjang gelombang serapan maksimum boraks sebesar 545,9 nm dan pada penelitian Lestari (2016), Hasil pengukuran panjang gelombang serapan maksimum boraks tersebut adalah 550,4 nm.

Penentuan panjang gelombang optimum didapatkan dari nilai absorbansi tertinggi dari berbagai deret panjang gelombang. Analit dalam sampel (boraks) dapat terdeteksi pada daerah panjang gelombang visibel (400-750 nm) (Suparsi *et al.*, 2018). Setelah dilakukan pengukuran pada rentang panjang gelombang (500-600 nm) sebanyak 3 kali pengulangan dihasilkan panjang gelombang optimum pada serapan 506 nm dengan nilai absorbansi 0,118 yang dapat dilihat pada gambar 4.3. Pada penelitian ini panjang gelombang 506 nm memberikan absorbansi tertinggi, sehingga disimpulkan bahwa panjang gelombang 506 nm merupakan panjang gelombang optimum untuk menganalisa kadar boraks menggunakan spektrofotometer *UV-Vis*.



Gambar 4.3 Optimasi panjang gelombang

### 4.3 Validasi Metode

Langkah kedua melakukan validasi metode analisis. Validasi metode perlu untuk membuktikan bahwa hasil yang diperoleh valid dan memenuhi persyaratan penggunaannya. Parameter-parameter yang digunakan dalam validasi metode penelitian ini meliputi linieritas, akurasi presisi, LOD dan LOQ.

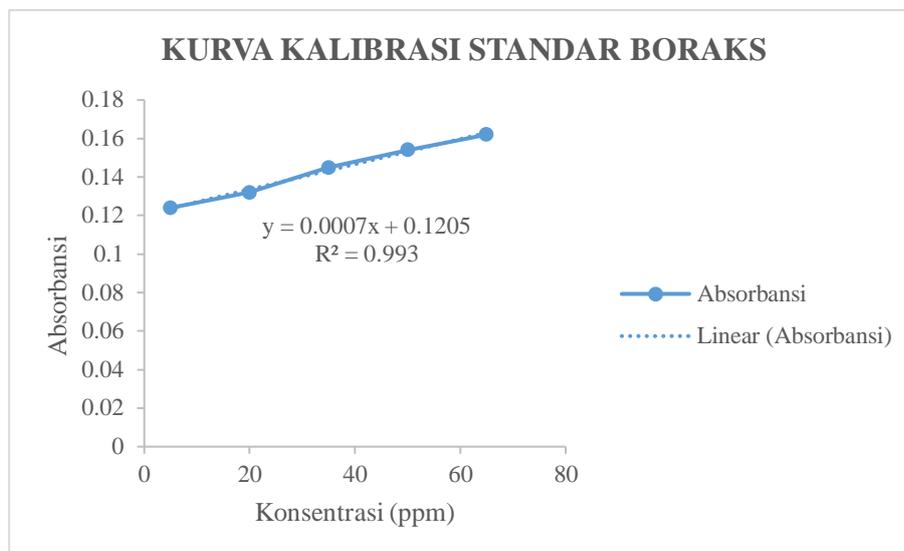
#### 4.3.1 Hasil uji linieritas

Tabel 4.2 Nilai absorbansi larutan boraks dengan spektrofotometer

Konsentrasi	Absorbansi (A)
5 ppm	0,124
20 ppm	0,132
35 ppm	0,145
50 ppm	0,154
65 ppm	0,162

Berdasarkan tabel 4.2 validasi metode diawali dengan pembuatan kurva kalibrasi. Kurva kalibrasi merupakan hubungan antara nilai absorbansi terhadap konsentrasi. Kurva kalibrasi yang dihasilkan dapat digunakan untuk uji linieritas. Tujuan dari uji linieritas yaitu untuk membuktikan adanya hubungan linier antara konsentrasi zat yang sebenarnya dengan respon alat. Linieritas antara dua variable biasanya dinyatakan dalam koefisien korelasi ( $r$ ). Linieritas yang baik atau adanya korelasi yang erat ditunjukkan dengan harga koefisien korelasi mendekati atau sama dengan 1 (Harmita, 2004).

Pembuatan kurva kalibrasi dibuat dengan menggunakan variasi konsentrasi 5 ppm, 20 ppm, 35 ppm, 50 ppm, dan 65 ppm dan didapatkan kurva kalibrasi boraks sebagai berikut :



Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Standar Boraks

Berdasarkan hasil kurva yang didapat pada gambar 4.3 menunjukkan bahwa nilai absorbansi yang dihasilkan meningkat seiring dengan peningkatan konsentrasi boraks. Dari kurva kalibrasi boraks didapatkan hasil linier antara konsentrasi dan absorbansi yaitu  $y = 0,0007x + 0,1205$  dengan nilai koefisien korelasi yaitu 0,993. Berdasarkan penelitian Suparsi (2018), persamaan regresi linier yaitu  $y = 0,539x + 0,009$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9979 dan pada penelitian Rusli (2016), persamaan regresi linier yaitu  $y = 0,008 + 0,012x$  dengan koefisien korelasi ( $r$ ) sebesar 0,9994. Koefisien korelasi yang dapat diterima yaitu jika nilai ( $R^2$ ) mendekati 1 (Harmita, 2004). Dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini terdapat hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi dengan nilai korelasi yang baik dan memenuhi persyaratan.

#### 4.3.2 Hasil uji akurasi

Akurasi (kecermatan) adalah kedekatan hasil pengukuran dalam sampel yang diperoleh dari suatu metode dibandingkan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi (kecermatan) metode ini dapat dilihat dari persen perolehan kembali (*% recovery*) boraks pada sampel (Harmita, 2004). Menurut Riyanto, (2014) akurasi dapat ditentukan dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) dan metode *spiking* (metode penambahan baku atau *standard addition method*), seperti pada penelitian ini. Pada penelitian ini dilakukan metode *spiking* dengan

menambahkan sejumlah tertentu analit yang diperiksa (standart) ke dalam sampel yang sudah dianalisis.

Tabel 4.3 Perolehan kembali (% *recovery*)

Kadar analit	Kadar analit menggunakan metode <i>spiking</i>	% <i>Recovery</i>	Rata-rata % <i>Recovery</i>
1.380	2.060	98,5 %	
852,1	1.270	98 %	96,5 %
1.373	2.049	98,5 %	
185,9	270,8	91,3 %	

Berdasarkan tabel 4.3 dilakukan uji akurasi dari hasil preparasi. Rata-rata persen perolehan kembali yang dapat diperoleh dari preparasi sampel sebesar 96,5 %. Berdasarkan penelitian Suparsi (2018), rata-rata perolehan kembali yang diperoleh dalam penelitian ini adalah 104,77% dan pada penelitian Rusli (2009), hasil uji perolehan kembali (% *recovery*) dari 3 konsentrasi boraks dalam mie basah simulasi yaitu 99,767%. Persen perolehan kembali (% *recovery*) yang didapatkan terdapat pada rentang 90 – 110 % (Harmita, 2004). Dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini persen perolehan kembali yang didapat diterima dan memenuhi persyaratan.

#### 4.3.3 Hasil uji presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antar hasil uji individu, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Priyanto, 2011).

Tabel 4.4 Hasil Uji Presisi

Sampel	SD	RSD (%)
Sampel A	1,824	0,132
Sampel B	2,367	0,277
Sampel C	1,824	0,132
Sampel D	1,788	0,961
Rata - rata	1,950	0,375

Berdasarkan tabel 4.4 dilakukan uji presisi. Uji dilakukan dengan mengukur absorbansi dari hasil preparasi sampel dan dilakukan replikasi sebanyak tiga kali. Nilai *Relative Standard Deviation* (RSD) yang diperoleh yaitu sebesar 0,375 %. Berdasarkan penelitian Suparsi (2018), Nilai *Relative Standard Deviation* (RSD) yang diperoleh adalah 0,219 % dan pada penelitian Rusli (2009), nilai *Relative Standard Deviation* (RSD) yang diperoleh adalah 2%. Nilai yang didapat memenuhi kriteria persyaratan uji presisi yaitu sebesar  $\leq 2\%$  (Harmita, 2004). Dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini Nilai *Relative Standard Deviation* (RSD) yang didapat diterima dan memenuhi persyaratan.

#### 4.3.4 Uji LOD & LOQ

Batas deteksi adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blangko. Sedangkan batas kuantitasi adalah kuantitas terkecil analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita, 2004)

Tabel 4.5 Hasil uji LOD & LOQ

Sampel	LOD	LOQ
Sampel A	45,410	151,369
Sampel B	58,929	196,431
Sampel C	45,410	151,369
Sampel D	44,514	148,381
Rata-rata	48,565	161,381

Berdasarkan table 4.5 hasil uji batas deteksi (LOD) sebesar 48,565 sedangkan konsentrasi analit terendah yang dapat diukur secara kuantitatif (LOQ) sebesar 161,381.

#### 4.4 Analisa kuantitatif

Hasil pada penetapan kadar dari seluruh sampel yang telah diperiksa akan menghasilkan data absorbansi. Kadar boraks dalam sampel dapat dihitung menggunakan persamaan linier yang didapat dari kurva kalibrasi yaitu  $y =$

$0,0007x + 0,1205$  dengan cara memasukkan nilai absorbansi sampel pada konstanta x.

Tabel 4.6 Hasil Uji Kuantitatif

Sampel	Replikasi (R)	Kadar (ppm)	Rata-rata (mg/L)
Sampel A	R1	1.382	$1.380 \pm 1,824$ mg/L
	R2	1.380	
	R3	1.379	
Sampel B	R1	852,1	$852,1 \pm 2,367$ mg/L
	R2	849,2	
	R3	855	
Sampel C	R1	1.372	$1.373 \pm 1,824$ mg/L
	R2	1.376	
	R3	1.373	
Sampel D	R1	186,4	$185,9 \pm 1,788$ mg/L
	R2	183,5	
	R3	187,8	

Berdasarkan tabel 4.6 diperoleh kadar dalam sampel A sebesar  $1.380 \pm 1,824$  mg/L, sampel B sebesar  $852,1 \pm 2,367$  mg/L, sampel C sebesar  $1.373 \pm 1,824$  mg/L, dan sampel D sebesar  $185,9 \pm 1,788$  mg/L. Rata-rata kadar pada sampel kerupuk puli yaitu  $947,7 \pm 1,950$  mg/L.

Berdasarkan permenkes RI Nomor 033 Tahun 2012, boraks merupakan salah satu bahan tambahan pangan yang dilarang penggunaannya, sehingga meskipun kadarnya rendah tetap dilarang penggunaannya. Berdasarkan penelitian Rahman *et al.*, (2016), mengemukakan bahwa konsentrasi boraks dapat menyebabkan keracunan berkisar antara 20-150 mg/L, hasil analisis kualitatif pada 10 sampel menunjukkan hasil positif pada Sampel 1 dan Sampel 3, dan analisis kuantitatif menunjukkan pada Sampel 1 dan Sampel 3 terdapat natrium tetraborat dengan kadar 60,876 mg/L dan 40,230 mg/L. Penambahan boraks pada kerupuk bisa memperbaiki tekstur kerupuk, sehingga menghasilkan kerupuk yang

bagus dan menarik. Kerupuk yang mengandung boraks teksturnya bagus dan renyah (Fitry A, 2017).

Mengonsumsi makanan yang menganung boraks memang tidak akan langsung berakibat buruk terhadap kesehatan tetapi boraks akan menumpuk sedikit demi sedikit karena diserap dalam tubuh secara kumulatif. Seringnya mengonsumsi makanan yang mengandung boraks, salah satunya akan menyebabkan gangguan hati. Masuknya boraks yang terus menerus, akan menyebabkan rusaknya membran sel hepar, kemudian diikuti kerusakan pada sel parenkim hepar (Lintong *et al.*, 2014).

## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

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

1. Berdasarkan validasi metode yang telah dilakukan diperoleh nilai  $R^2$  sebesar 0,993 dalam rentang konsentrasi 5 ppm; 20 ppm; 35 ppm; 50 ppm; 65 ppm, % *recovery* yang diperoleh sebesar 96,5 %, nilai presisi yang diperoleh sebesar 0,375 %, dan nilai LOD diperoleh nilai sebesar 48,565 ppm & LOQ diperoleh nilai sebesar 161,381 ppm. Sehingga metode yang digunakan valid.
2. Kadar boraks dalam sampel kerupuk puli yang telah diuji kuantitatif menggunakan spektrofotometri *UV-Vis* diperoleh kadar boraks pada sampel kerupuk puli yaitu sampel A sebesar  $1.380 \pm 1,824$  mg/L, sampel B sebesar  $852,1 \pm 2,367$  mg/L, sampel C sebesar  $1.373 \pm 1,824$  mg/L, dan sampel D sebesar  $185,9 \pm 1,788$  mg/L.

#### 5.2 Saran

1. Pemerintah perlu melakukan penyuluhan terhadap produsen mengenai dampak kesehatan apabila boraks digunakan sebagai bahan tambahan pada makanan.
2. Perlunya dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan metode atau instrument yang lain dengan menggunakan bahan makanan yang mengandung boraks.
3. Perlunya melakukan penelitian lanjutan dengan lokasi penelitian atau pengambilan sampel lebih luas.

## DAFTAR PUSTAKA

- Agus, Riyanto. 2011. *Buku Ajar Metodologi Penelitian*. Jakarta: EGC.
- Artika. 2009. *Pengaruh Penggunaan Boraks pada Makanan Terhadap Kualitas Kesehatan Manusia*.
- BPOM Republik Indonesia, 2008. *Kamanan Pangan Jajanan Anak Sekolah (PJAS) Serta Upaya Penanggulangannya*. Info POM Vol. 9, No. 6, November 2008. Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan.
- Cahyadi W, 2006. *Bahan Tambahan Makanan*. Bumi Aksara. Jakarta.
- Cahyadi, W. 2008. *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan Ed ke-2*. Jakarta: Bumi Aksara
- Departemen Kesehatan RI. 1995. *Farmakope Indonesia Edisi III*. Jakarta: Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan, 49-50, 427-428.
- Departemen Kesehatan RI. 1988. *Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No. 722/Menkes/Per/IX/1988, tentang Bahan Tambahan Makanan*. Jakarta; Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Departemen Kesehatan RI. 1999. *Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia No.1168/MENKES/PER/X/1999. Tentang Bahan Tambahan Makanan*. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Dreisbach, R.H.*Handbook of Poisoning, 8<sup>th</sup> ed*. Lange Medical Publication, Los Altos, California.1974; 314-315
- Fadilah. 2006. *Identifikasi Kandungan Bahan Tambahan Makanan (BTM) Pada Makanan Jajanan Anak SDN Kompleks Kota Palopo Tahun 2006*. Skripsi. Makassar: Universitas Hasauddin.
- Farmakope Indonesia. 1979. Edisi III. Departemen Kesehatan Republik Indonesia
- Fitry A, Rusnaeni ESS.2017. *Penetapan Kadar Boraks Pada Kerupuk Olahan Di Distrik Heram Kota Jayapura Menggunakan Spektrofotometer UV-VIS*. *Pharmacon J Ilm Farm*. 6(3):285–90.
- Gandjar, Ibnu Gholib dan Abdul Rohman. 2009. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar. Hal: 18-19;199;456-474
- Goodman, LS., Gilman, A. *The Pharmacological Basis of Therapeutics 5<sup>th</sup> ed*. Macmillan Publishing Co.,Inc,NY.1975; 994 – 995.
- Gosselin, R.E.,Smith,Robert P.,Hodge,H.C.,*Clinical Toxicology of Commercial Products, 5<sup>th</sup> ed* London.66-68.
- Hadad, E.A., dan Hamid A. 1990. *Mengenal Berbagai Plasma Nutfah Pala di Daerah Maluku Utara*. Balai Penelitian Tanaman Rempah dan Obat. Bogor. 34 hal.

- Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Dep. Farmasi. FMIPA-UI, Jakarta.
- Kemenkes RI. 2010. Pedoman Pemeriksaan Kimia Klinik. Menteri Kesehatan RI. Jakarta
- Kokasih, et al .2004. Asas Pengembangan Prosedur Analisis, Edisi pertama, Surabaya, Airlangga University Press
- Kurniawan, H. 2009. Stadarisasi Proses Produksi Kerupuk Tulang Rawan Ayam. Skripsi S-1, Fakultas Teknologi Hasil Ternak Institut Pertanian Bogor
- Lintong P.M., Liliy, Loho., Rico, Lukas. 2014. Gambaran Hispatologi Hati Tikus Wistar Yang Diberikan Boraks. *Jurnal e-Biomedik*, vol. 2, no. 3. Manado: Universitas Sam Ratulangi November 2014.
- Lestari, Dwi. 2016. Penentuan Kadar Boraks Pada Kurma (*Phoenix Dactylifera*) Dengan Metode Spektrofotometri Uv-Vis. Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Setia Budi, Surakarta.
- Prayitno, S. dan Susanto, T. 2001. *Teknologi Pengolahan Pangan Kerupuk Udang Sidoarjo*. Kanisius. Yogyakarta. Halaman 37.
- Rahayu, WP, Wulandari N, Nurfaidah D, Koswara S, Subarna, Kusumaningrum HD. *Keamanan Pangan Peduli Kita Bersama*. Bogor: IPB Press. 2011.
- Rahman, K.R.D., Arumsari, A., Herawati, D. 2016. Pengembangan Metode Preparasi Sampel Siomay dalam Analisis Natrium Tetraborat. *Prosiding Farmasi*. pp 293-299.
- Reynold, J. E. F. *Martindale The Extra Pharmacopoeia, 28<sup>th</sup> ed.* The Pharmaceutical Press. London. 1982; 337, 432.
- Rusli, Raisani. 2009. Penetapan Kadar Boraks Pada Mie Basah yang Beredar di Pasar Ciputat Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis Menggunakan Pereaksi Kurkumin. Skripsi. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah, Yogyakarta.
- See S, Abu B, Fatimah A, Nor A, Ahmed S, Lee Y, 2010. Risk and Health Effect of Boric Acid. *American Journal of Applied Sciences* 7(5): 620-627. New York.
- Sudjarwo., Poedjiarti, S., Angerina. 2014. Validasi Metode Spektrofotometri UV-Vis pada Penetapan Kadar Boraks didalam Bakso. *Berkala Ilmiah Kimia Farmasi*. Vol. 3 No.1. P31-38.
- Sugiyono. 2017. Metode Penelitian Kuantitatif, Kualitatif, dan R&D. Bandung : Alfabeta, CV
- Suparsi., Samsuar., Akhmad Rokiban. 2018. Analisis Kandungan Boraks Pada Kerupuk Nasi Yang Dijual Di Pasar Tradisional Kabupaten Tanggamus

Secara Spektrofotometri Uv-Vis. Lampung: FMIPA Universitas Tulang Bawang.

Ulfa, Ade Maria. 2015. Identifikasi Boraks Pada Pempek Dan Bakso Ikan Secara Reaksi Nyala Dan Reaksi Warna. *Jurnal Kesehatan Holistik* Vol 9, No 3, Juli 2015: 151-157.

Wardayati. 2012. Boraks. Tersedia di <http://intisari-online.com/read/bahan-kimia-berbahaya-pada-makanan>

Winarno, F.G. Sulistyowati, Titi. 1994. Bahan Tambahan untuk Makanan dan Kontaminan. Jakarta: Pustaka Sinar Harapan, 6-10, 104- 105, 108.

Winarno. 1994. Sterilisasi Komersial Produk-produk Pangan. Jakarta: Gramedia.

Winarno, F.G. 2004. *Kimia Pangan dan Gizi*. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.

Wulandari, N. 2007, *Validasi Metode Spektrofotometri Derivatif Ultraviolet untuk Penentuan Reserpin dalam Tablet Obat*, Departemen Kimia FMIPA IPB, Bogor. (Skripsi).

Yulia. 2010. Validasi Metode” Diktat Validasi Metode, Pusat Penelitian Kimia-LIPI, Bandung.

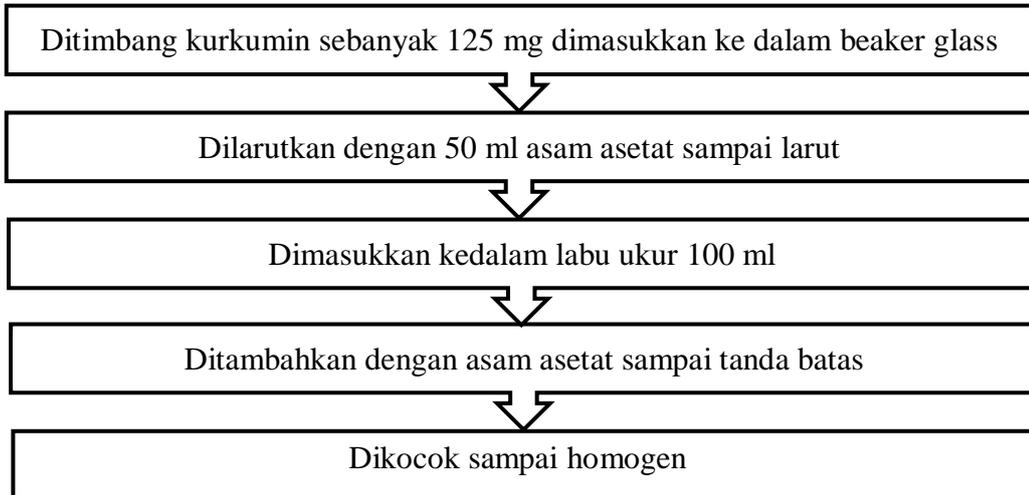
Yuliarti N, 2007. *Awas Bahaya Dibalik Lezatnya Makanan*. Andi. Yogyakarta.

## LAMPIRAN

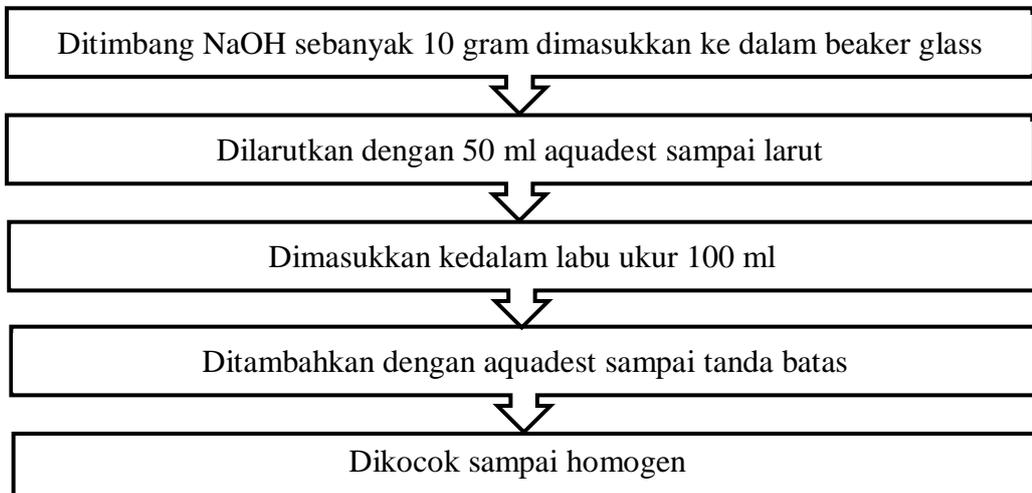
### Lampiran 1 Pembuatan Larutan

#### 1.1 Cara Kerja

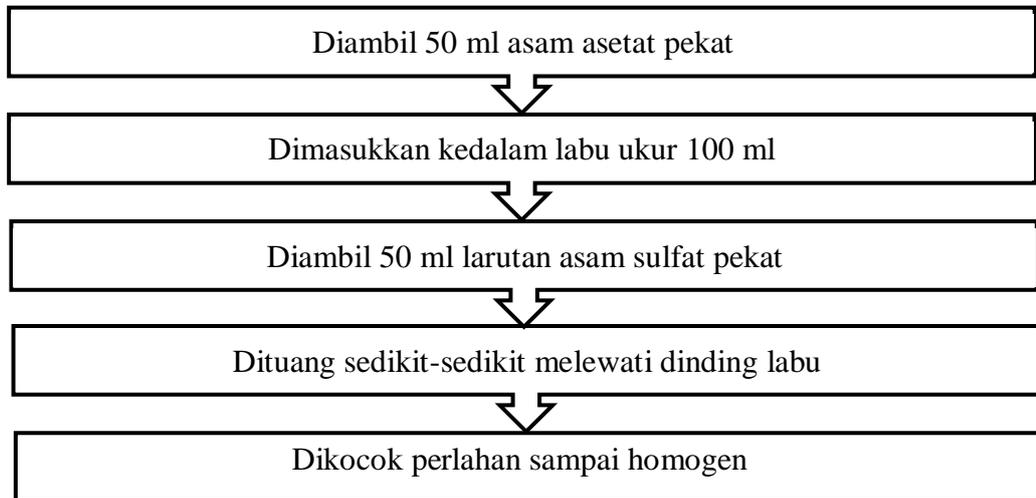
##### 1.1.1 Pembuatan larutan kurkumin 0,125%



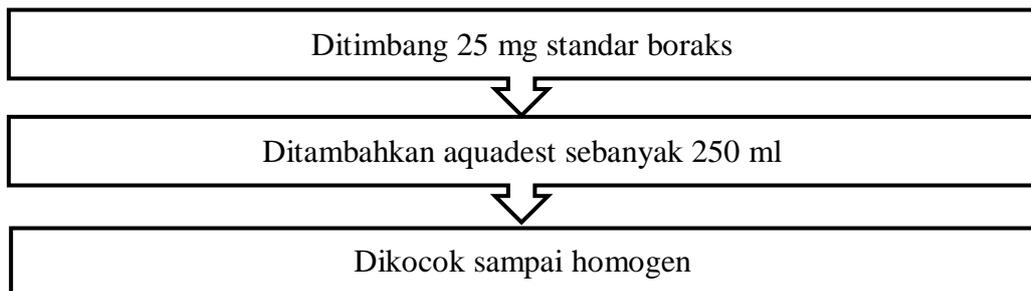
##### 1.1.2 Pembuatan larutan NaOH 10 %



### 1.1.3 Pembuatan larutan asam sulfat pekat : asam asetat (1:1)



### 1.1.4 Pembuatan larutan induk boraks 100 ppm dalam 250 ml aquadest



## 1.2 Perhitungan

### 1.2.1 Larutan NaOH 10%

$$= \frac{10}{100} \times 100 \text{ ml} = 10 \text{ gram dalam } 100 \text{ ml}$$

### 1.2.2 Larutan kurkumin 0,125%

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

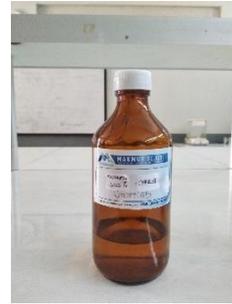
### 1.2.3 Pembuatan larutan induk boraks 100 ppm dalam 250 ml aquadest

$$100 \text{ ppm} = \frac{\dots \text{ mg}}{0,25 \text{ L}} = 25 \text{ mg}$$

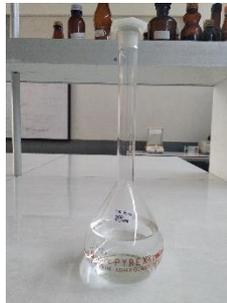
### 1.3 Dokumentasi



Larutan NaOH 10%



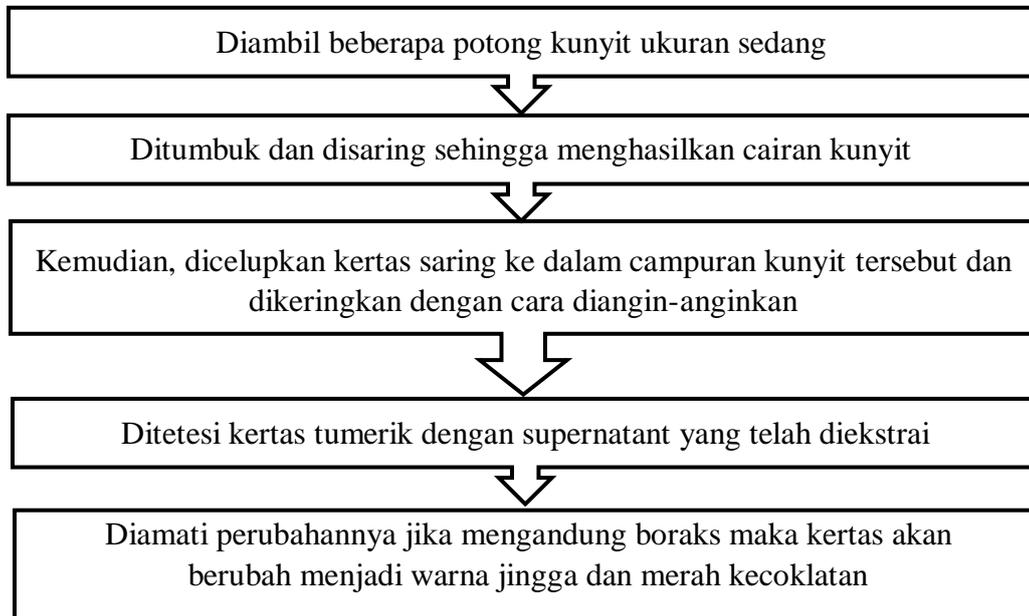
Larutan kurkumin 0,125%



Larutan induk boraks 100 ppm

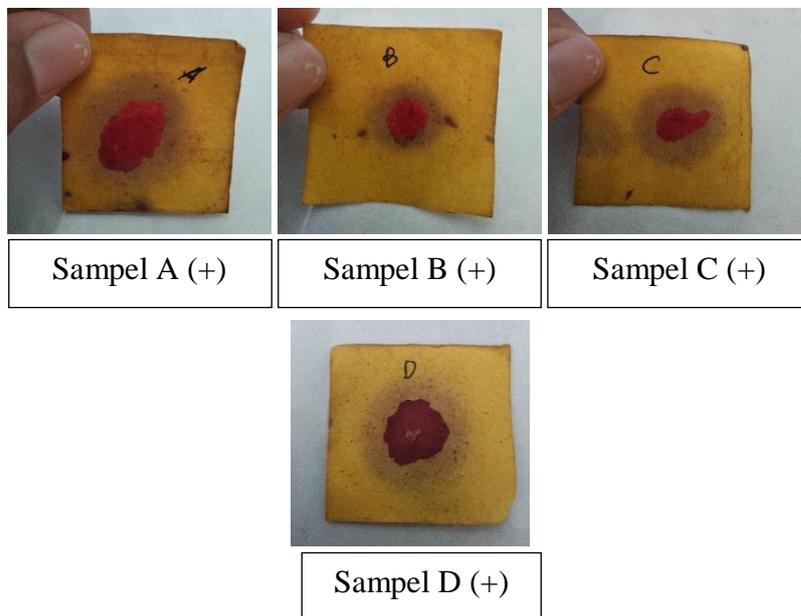
## Lampiran 2 Uji Kualitatif

### 2.1 Cara Kerja



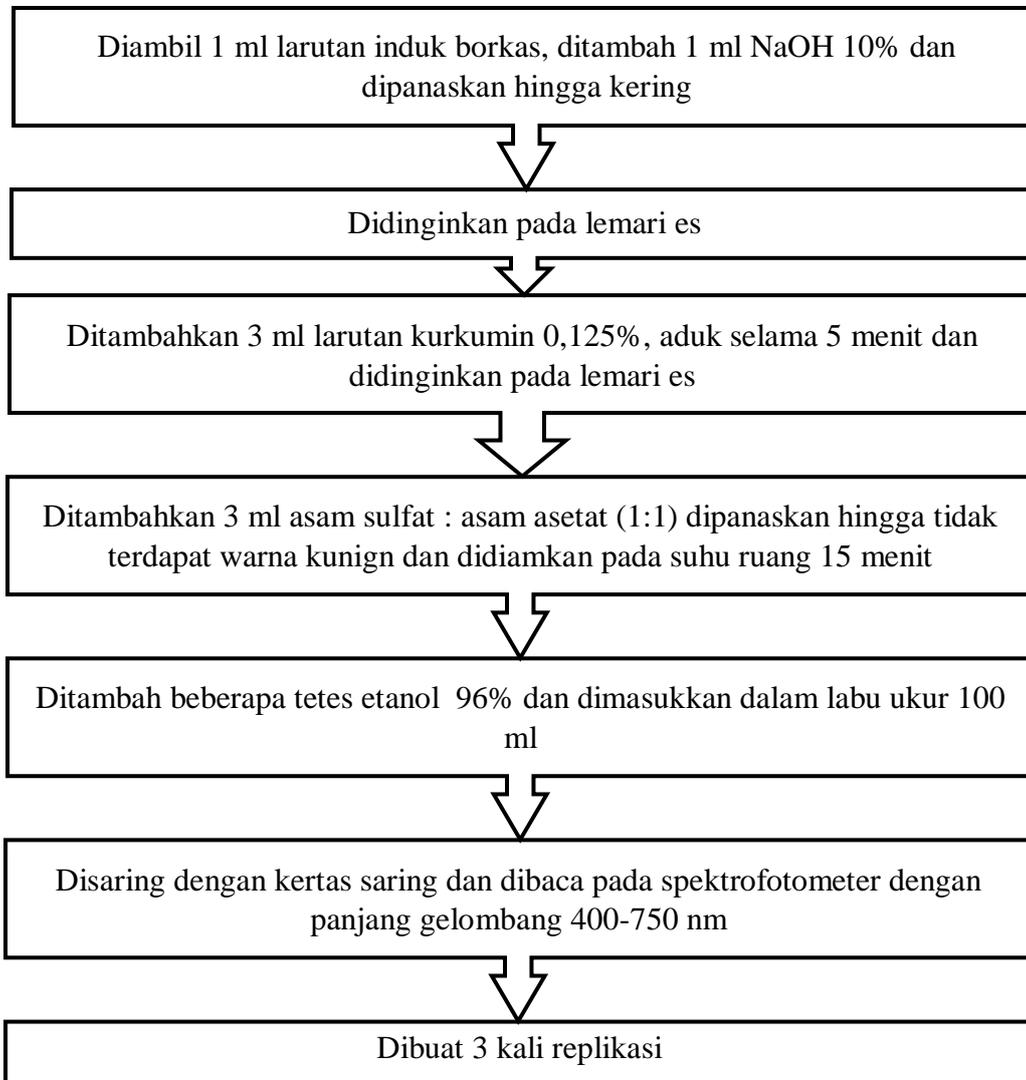
### 2.2 Dokumentasi

Hasil uji menggunakan kertas tumerik

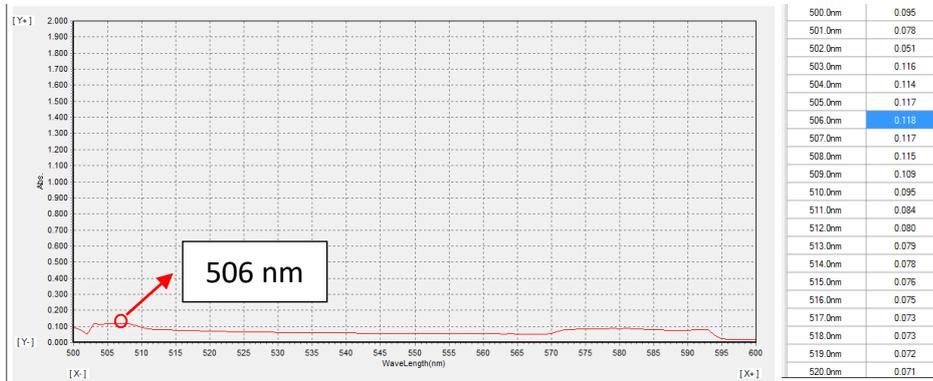


### Lampiran 3 Optimasi panjang gelombang

#### 3.1 Cara kerja



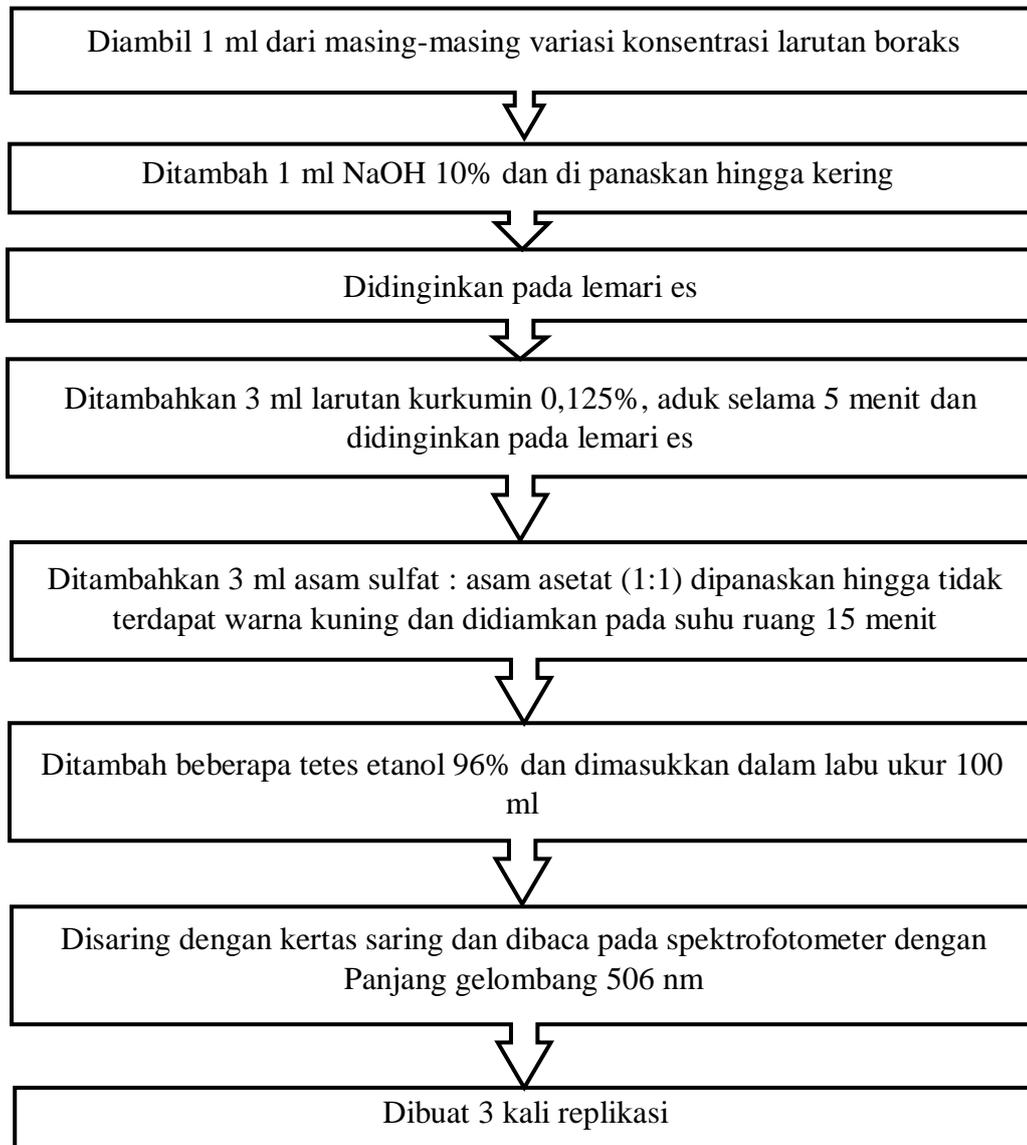
### 3.2 Dokumentasi



## Lampiran 4 Validasi Metode

### 4.1 Linieritas

#### 4.1.1 Cara Kerja



#### 4.1.2 Perhitungan

Perhitungan pencarian konsentrasi larutan seri :

$$\frac{\text{absorbansi sampel}}{\text{absorbansi standart}} \times \text{konsentrasi standart}$$

$$\text{Sampel 1} = \frac{1,089}{0,118} \times 5 \text{ ppm} = 46,1 \text{ ppm}$$

$$\text{Sampel 2} = \frac{0,717}{0,118} \times 5 \text{ ppm} = 30,3 \text{ ppm}$$

$$\text{Sampel 3} = \frac{1,081}{0,118} \times 5 \text{ ppm} = 45,8 \text{ ppm}$$

$$\text{Sampel 4} = \frac{0,251}{0,118} \times 5 \text{ ppm} = 10,6 \text{ ppm}$$

Catatan : Dari perhitungan diatas dapat dibuat variasi konsentrasi 5ppm, 20ppm, 35ppm, 50ppm, 65ppm.

#### **Pembuatan larutan variasi konsentrasi boraks**

Larutan induk boraks 5 ppm, 20 ppm, 35 ppm, 50 ppm, dan 65 ppm dalam 50 ml aquadest.

a. 5 ppm

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

$$V1 \times 100 = 50 \times 5$$

$$V1 \times 100 = 150$$

$$V1 = 1,5 \text{ ml}$$

b. 20 ppm

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

$$V1 \times 100 = 50 \times 20$$

$$V1 \times 100 = 1.000$$

$$V1 = 10 \text{ ml}$$

c. 35 ppm

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

$$V1 \times 100 = 50 \times 35$$

$$V1 \times 100 = 1.750$$

$$V1 = 17,5 \text{ ml}$$

d. 50 ppm

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

$$V1 \times 100 = 50 \times 50$$

$$V1 \times 100 = 2.500$$

$$V1 = 25 \text{ ml}$$

e. 65 ppm

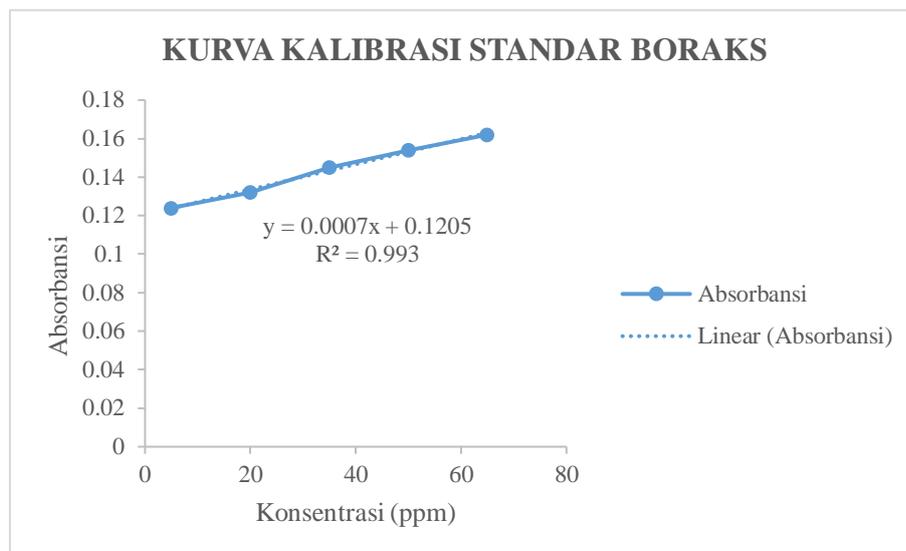
$$V1 \times N1 = V2 \times N2$$

$$V1 \times 100 = 50 \times 65$$

$$V1 \times 100 = 3.250$$

$$V1 = 32,5 \text{ ml}$$

#### 4.1.3 Dokumentasi

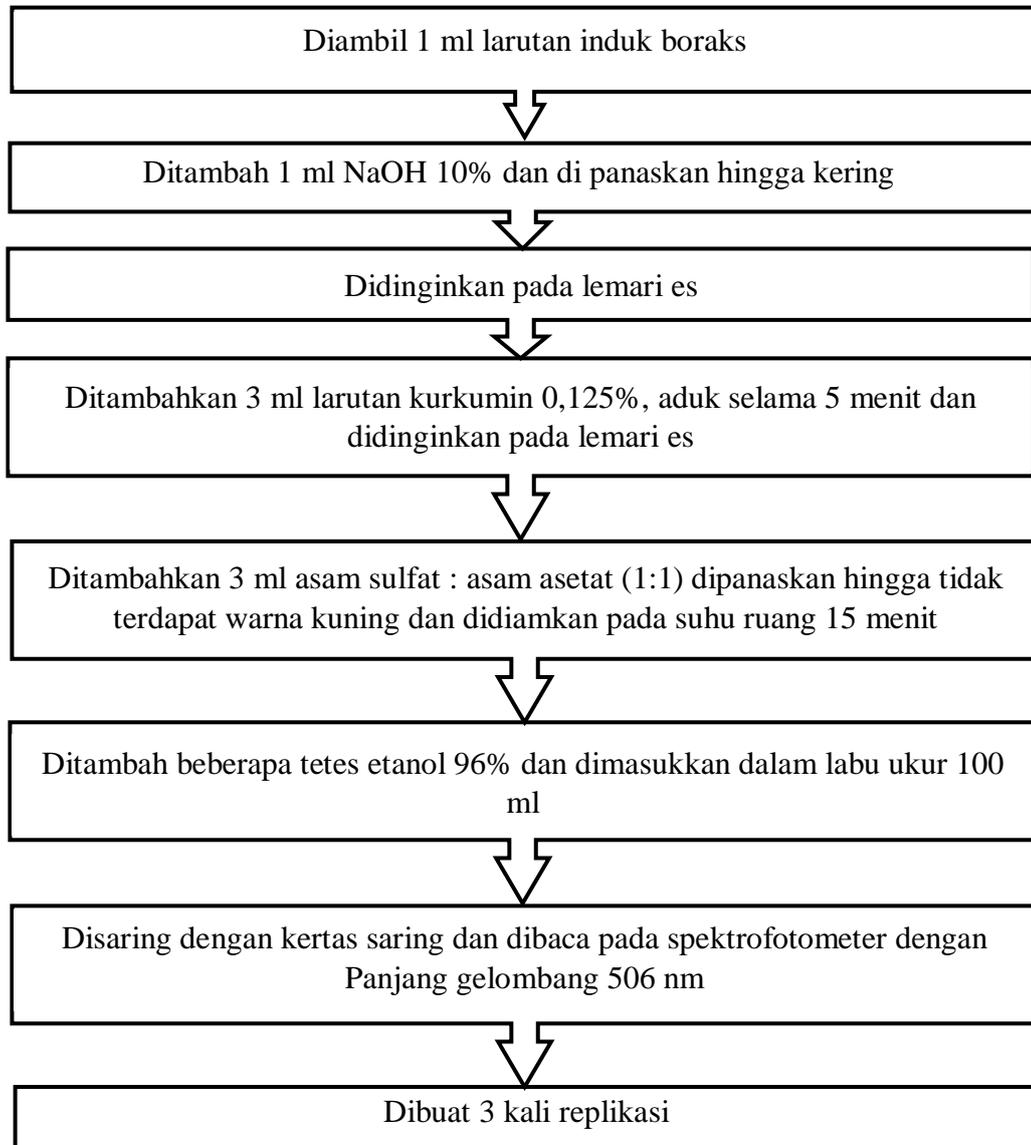




Larutan seri konsentrasi 5 ppm, 20 ppm, 35 ppm, 50 ppm, dan 65 ppm.

## 4.2 Uji akurasi

### 4.2.1 Cara kerja



### 4.2.2 Perhitungan

#### 1. Perhitungan penambahan analit dalam sampel

$$\frac{1}{2} \times \text{analit dalam sampel}$$

$$\text{Sampel 1} = \frac{1}{2} \times 1.380 \text{ ppm} = 690 \text{ ppm}$$

$$\text{Sampel 2} = \frac{1}{2} \times 852,1 \text{ ppm} = 426 \text{ ppm}$$

$$\text{Sampel 3} = \frac{1}{2} \times 1.373 \text{ ppm} = 686,5 \text{ ppm}$$

$$\text{Sampel 4} = \frac{1}{2} \times 1,13 \text{ ppm} = 92,9 \text{ ppm}$$

Sampel A

$$690 \text{ ppm} \times 5 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$3.450 = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 34,5 \text{ ml}$$

Jadi, jumlah yang digunakan untuk penambahan analit dalam sampel yaitu 34,5 ml

Sampel B

$$426 \text{ ppm} \times 5 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$2.130 = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 21,3 \text{ ml}$$

Jadi, jumlah yang digunakan untuk penambahan analit dalam sampel yaitu 21,3 ml

Sampel C

$$686,5 \text{ ppm} \times 5 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$3.432 = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 34,5 \text{ ml}$$

Jadi, jumlah yang digunakan untuk penambahan analit dalam sampel yaitu 34,5 ml

Sampel D

$$92,5 \text{ ppm} \times 5 \text{ ml} = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$462,5 = 100 \text{ ppm} \times V_2$$

$$V_2 = 4,6 \text{ ml}$$

Jadi, jumlah yang digunakan untuk penambahan analit dalam sampel yaitu 4,6 ml

### Hasil uji akurasi

	Sampel	Absorbansi	Kadar (ppm)
Analit	Sampel A	1,087	1.380
	Sampel B	0,717	852,1
	Sampel C	1,082	1.373
	Sampel D	0,250	185,9
			$\bar{x} = 947,7$
Analit + <i>spiking</i>	Sampel A	1,562	2.060
	Sampel B	1,009	1.270
	Sampel C	1,555	2.049
	Sampel D	0,310	270,8
			$\bar{x} = 1.412$

### Perhitungan konsentrasi spiking

Sampel A

$$\bar{x} = 1.412$$

$$1,562 = 0,0007x + 0,1205$$

$$1,562 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$1,446 = 0,0007x$$

$$2.060 = x$$

Sampel B

$$1,009 = 0,0007x + 0,1205$$

$$1,009 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,8885 = 0,0007x$$

$$1.270 = x$$

Sampel C

$$1,555 = 0,0007x + 0,1205$$

$$1,555 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$1,4345 = 0,0007x$$

$$2.049 = x$$

Sampel D

$$0,310 = 0,0007x + 0,1205$$

$$0,310 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,1895 = 0,0007x$$

$$270,8 = x$$

**Perhitungan % recovery**

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{konsentrasi spiking} - \text{konsentrasi sampel}}{\text{absorbansi standar}} \times 100\%$$

Sampel A

$$\% \text{ recovery} = \frac{2.060 - 1.380}{690} \times 100 \% = 98,5 \% \quad \bar{x} = \mathbf{96,5 \%}$$

Sampel B

$$\% \text{ recovery} = \frac{1.270 - 852,1}{426} \times 100 \% = 98 \%$$

Sampel C

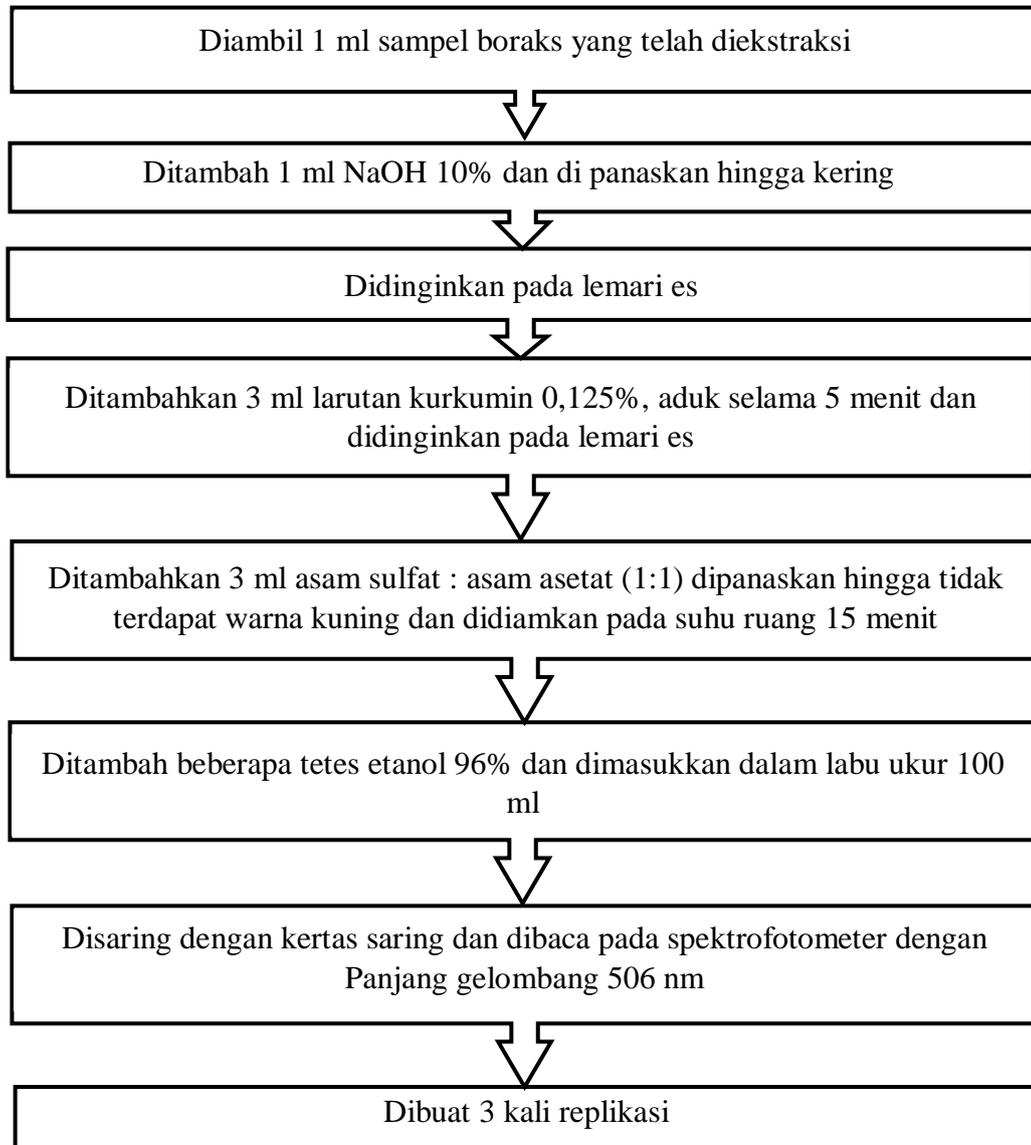
$$\% \text{ recovery} = \frac{2.049,5 - 1.373}{686,5} \times 100 \% = 98,5 \%$$

Sampel D

$$\% \text{ recovery} = \frac{270,8 - 185,9}{92,9} \times 100 \% = 91,3 \%$$

### 4.3 Uji Presisi

#### 4.3.1 Cara kerja



#### 4.3.2 Perhitungan

##### 1. Perhitungan SD

Sampel A

$$\begin{aligned}SD &= \frac{\sqrt{(1.383-1.380)^2+(1.380-1.380)^2+(1.379-1.380)^2}}{4-1} \\ &= \sqrt{3,33} \\ &= 1,824\end{aligned}$$

Sampel B

$$\begin{aligned}SD &= \frac{\sqrt{(852,1-852,1)^2+(849,2-852,1)^2+(855-852,1)^2}}{4-1} \\ &= \sqrt{5,606} \\ &= 2,367\end{aligned}$$

Sampel C

$$\begin{aligned}SD &= \frac{\sqrt{(1.372-1.373)^2+(1.376-1.373)^2+(1.373-1.373)^2}}{4-1} \\ &= \sqrt{3,33} \\ &= 1,824\end{aligned}$$

Sampel D

$$\begin{aligned}SD &= \frac{\sqrt{(186,4-185,9)^2+(183,5-185,9)^2+(187,8-185,9)^2}}{4-1} \\ &= \sqrt{3,20} \\ &= 1,788\end{aligned}$$

## 2. Perhitungan RSD

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \% \qquad \bar{x} = 0,375 \%$$

Sampel A

$$RSD = \frac{1,824}{1,380} \times 100 \% = 0,132 \%$$

Sampel B

$$RSD = \frac{2,367}{852,1} \times 100 \% = 0,277 \%$$

Sampel C

$$RSD = \frac{1,824}{1,373} \times 100 \% = 0,132 \%$$

Sampel D

$$RSD = \frac{1,788}{185,9} \times 100 \% = 0,961 \%$$

3. Pembuatan larutan variasi konsentrasi boraks

Larutan induk boraks 5 ppm, 20 ppm, 35 ppm, 50 ppm, dan 65 ppm dalam 50 ml aquadest.

**5 ppm**

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 5$$

$$V_1 \times 100 = 150$$

$$V_1 = 1,5 \text{ ml}$$

**20 ppm**

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 20$$

$$V_1 \times 100 = 1.000$$

$$V_1 = 10 \text{ ml}$$

**35 ppm**

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 35$$

$$V_1 \times 100 = 1.750$$

$$V_1 = 17,5 \text{ ml}$$

**50 ppm**

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 50$$

$$V_1 \times 100 = 2.500$$

$$V_1 = 25 \text{ ml}$$

**65 ppm**

$$V_1 \times N_1 = V_2 \times N_2$$

$$V_1 \times 100 = 50 \times 65$$

$$V_1 \times 100 = 3.250$$

$$V_1 = 32,5 \text{ ml}$$

4. Perhitungan % recovery

$$\% \text{ recovery} = \frac{\text{konsentrasi spiking} - \text{konsentrasi sampel}}{\text{absorbansi standar}} \times 100\%$$

Sampel A

$$\% \text{ recovery} = \frac{2.060 - 1.380}{690} \times 100 \% = 98,5 \% \quad \bar{x} = 96,5 \%$$

Sampel B

$$\% \text{ recovery} = \frac{1.270 - 852,1}{426} \times 100 \% = 98 \%$$

Sampel C

$$\% \text{ recovery} = \frac{2.049,5 - 1.373}{686,5} \times 100 \% = 98,5 \%$$

Sampel D

$$\% \text{ recovery} = \frac{270,8 - 185,9}{92,9} \times 100 \% = 91,3 \%$$

5. Perhitungan RSD

$$RSD = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100 \% \quad \bar{x} = 0,375 \%$$

Sampel A

$$RSD = \frac{1,824}{1,380} \times 100 \% = 0,132 \%$$

Sampel B

$$RSD = \frac{2,367}{852,1} \times 100 \% = 0,277 \%$$

Sampel C

$$RSD = \frac{1,824}{1,373} \times 100 \% = 0,132 \%$$

Sampel D

$$RSD = \frac{1,788}{185,9} \times 100 \% = 0,961 \%$$

#### 4.4 LOD & LOQ

$$LOD = \frac{3 \times SD}{slope}$$

$$\bar{x} \text{ LOD} = 48,565$$

$$LOQ = \frac{10 \times SD}{Slope}$$

$$\bar{x} \text{ LOQ} = 161,381$$

##### Sampel A

$$LOD = \frac{3 \times 1,824}{0,1205} = 45,410$$

$$LOQ = \frac{10 \times 1,824}{0,1205} = 151,369$$

##### Sampel B

$$LOD = \frac{3 \times 2,367}{0,1205} = 58,929$$

$$LOQ = \frac{10 \times 2,367}{0,1205} = 196,431$$

##### Sampel C

$$LOD = \frac{3 \times 1,824}{0,1205} = 45,410$$

$$LOQ = \frac{10 \times 1,824}{0,1205} = 151,369$$

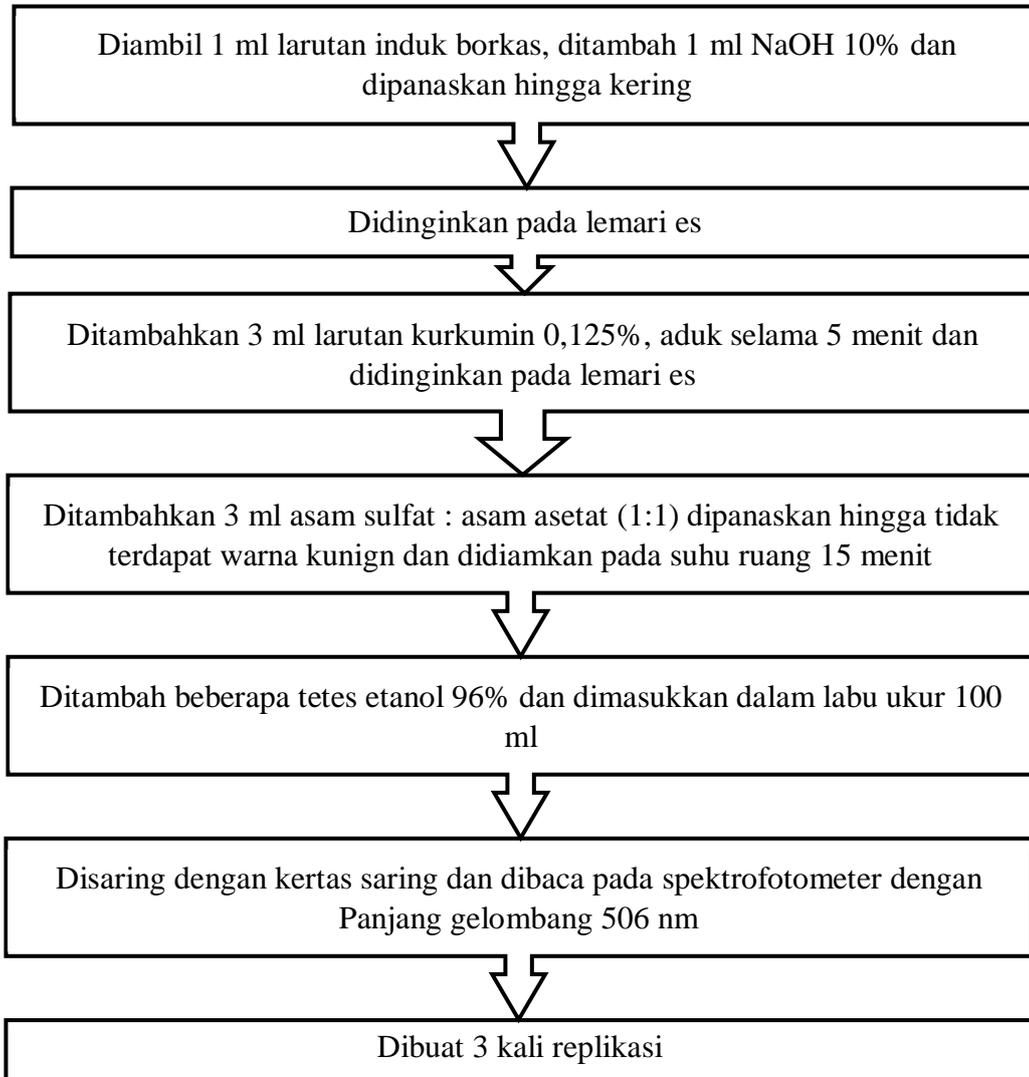
##### Sampel D

$$LOD = \frac{3 \times 1,788}{0,1205} = 44,514$$

$$LOQ = \frac{10 \times 1,824}{0,1205} = 148,381$$

## Lampiran 5 Uji kuantitatif

### 5.1 Cara kerja



## 5.2 Perhitungan kadar sampel

Menggunakan persamaan  $y = 0,0007x + 0,1205$

### 1. Sampel A

Nilai absorbansi ( $y$ ) = R1 (1,089); R2 (1,087); R3 (1,086)

R1

$$1,089 = 0,0007x + 0,1205 \quad \bar{x} = \mathbf{1.380}$$

$$1,089 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,9685 = 0,0007x$$

$$1.383 = x$$

R2

$$1,087 = 0,0007x + 0,1205$$

$$1,087 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,9665 = 0,0007x$$

$$1.380 = x$$

R3

$$1,086 = 0,0007x + 0,1205$$

$$1,086 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,9655 = 0,0007x$$

$$1.379 = x$$

### 2. Sampel B

Nilai absorbansi ( $y$ ) = R1 (0,717); R2 (0,715); R3 (0,719)

R1

$$0,717 = 0,0007x + 0,1205 \quad \bar{x} = \mathbf{852,1}$$

$$0,717 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,5965 = 0,0007x$$

$$852,1 = x$$

R2

$$0,715 = 0,0007x + 0,1205$$

$$0,715 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,5945 = 0,0007x$$

$$849,2 = x$$

R3

$$0,719 = 0,0007x + 0,1205$$

$$0,719 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,5985 = 0,0007x$$

$$849,2 = x$$

### 3. Sampel C

Nilai absorbansi (y) = R1 (1,081); R2 (1,084); R3 (1,082)

R1

$$1,081 = 0,0007x + 0,1205$$

$$1,081 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,9605 = 0,0007x$$

$$1.372 = x$$

$$\bar{x} = \mathbf{1.373}$$

R2

$$1,084 = 0,0007x + 0,1205$$

$$1,084 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,9635 = 0,0007x$$

$$1.376 = x$$

R3

$$1,082 = 0,0007x + 0,1205$$

$$1,082 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,9615 = 0,0007x$$

$$1.373 = x$$

#### 4. Sampel D

Nilai absorbansi (y) = R1 (0,251); R2 (0,249); R3 (0,252)

R1

$$0,251 = 0,0007x + 0,1205$$

$$0,251 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,1305 = 0,0007x$$

$$186,4 = x$$

$$\bar{x} = \mathbf{185,9}$$

R2

$$0,249 = 0,0007x + 0,1205$$

$$0,249 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,1285 = 0,0007x$$

$$183,5 = x$$

R3

$$0,252 = 0,0007x + 0,1205$$

$$0,252 - 0,1205 = 0,0007x$$

$$0,1315 = 0,0007x$$

$$187,8 = x$$

#### 5.3 Dokumentasi

##### 1. Proses sentrifugasi



Sebelum disentrifugasi



Sesudah disentrifugasi

2. Preparasi sebelum pengukuran absorbansi



Pemanasan bahan diatas penangas air



Pendinginan dikulkas

3. Seperangkat alat Spektrofotometri *UV-Vis*

