

## Validasi Metode Penetapan Kadar Boraks pada Kerupuk Puli Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

### Validation of Methods of Borax Concentrations Determination in Puli Crackers Using a UV-Vis Spectrophotometer

**Oppie Anngela, Afidatul Muadifah\*, Dhanang Prawira Nugraha**

Program Studi S1 Farmasi, STIKes Karya Putra Bangsa, Tulungagung

\*Email korespondensi: [afyda31@gmail.com](mailto:afyda31@gmail.com)

#### Abstract

Rice cracker or known as Krupuk puli is the kind of deep-fried crackers in Indonesia that made of rice seasoned with spices and flavor enhancer. Most Rice cracker sellers that peddle their products in the Ngunut traditional market, so that the sellers have to make or prepare the rice cracker as well as possible to make the cracker can be sold. In this case, most manufacturers add hazardous materials (borax) in the process of making rice crackers. The purpose of this research is to validate the method and to know the borax level of rice crackers sold in the Ngunut traditional market by using the UV-Vis spectrophotometry method. Optimization of borax wavelength in the wavelength range of 500-600 nm. The prepared samples are analyzed using UV-Vis spectrophotometry at the maximum wavelength that is 506 nm. The next step, is, validation methods, including linieritas test, accuracy test, precision test, and LOD test & LOQ. The result of this study obtained the optimum wavelength is 506 nm. Based on the validation methods that have been done, obtained the results of inference linearity in the concentration range of 5ppm; 20ppm; 35ppm; 50ppm; 65ppm with a physical value of  $R^2$  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 borax level in sample A amounted to  $1,380 \pm 1.824$  ppm, sample B of  $852.1 \pm 2.367$  ppm, sample C of  $1,373 \pm 1.824$  ppm, and sample D of  $185.9 \pm 1.788$  ppm.

**Keywords:** Puli Crackers, boraks, spektrofotometer UV-Vis

#### Abstrak

Kerupuk beras atau dikenal dengan Krupuk Puli adalah sejenis kerupuk goreng di Indonesia yang terbuat dari nasi yang dibumbui dengan bumbu dan penambah rasa. Kebanyakan penjual kerupuk

beras yang menjajakan produknya di pasar tradisional Ngunut, sehingga para penjual harus membuat atau menyiapkan kerupuk dengan sebaik-baiknya agar kerupuk tersebut bisa dijual. Dalam hal ini, sebagian besar produsen menambahkan bahan berbahaya (boraks) dalam proses pembuatan kerupuk beras. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk memvalidasi metode dan mengetahui kadar boraks kerupuk beras yang dijual di pasar tradisional Ngunut dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Optimalisasi panjang gelombang boraks pada rentang panjang gelombang 500-600 nm. Sampel yang telah disiapkan dianalisis menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yaitu 506 nm. Tahap selanjutnya adalah validasi metode yang meliputi uji linieritas, uji akurasi, uji presisi, dan uji LOD & LOQ. Hasil penelitian ini diperoleh panjang gelombang optimum adalah 506 nm. Berdasarkan metode validasi yang telah dilakukan, diperoleh hasil linieritas inferensi pada rentang konsentrasi 5ppm; 20ppm; 35ppm; 50ppm; 65ppm dengan nilai fisik korelasi  $R^2$  sebesar 0,993, %recovery sebesar 96,5%, nilai presisi yang diperoleh sebesar 0,375%, dan nilai LOD sebesar 48,565 ppm serta nilai Loq sebesar 161,381 ppm. Kadar boraks pada 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

**Submitted:** 23 Agustus 2020

**Accepted:** 15 April 2021

**DOI:** <https://doi.org/10.25026/jsk.v3i4.258>

## 1 Pendahuluan

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 diperkotaan 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 [1]. 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 [2].

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  $\mu\text{g/g}$  [3].

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 [4].

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) [2]. 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.

## 2 Metode Penelitian

### 2.1 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian 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, dan 4 sampel kerupuk puli

### 2.2 Alat

Alat-alat yang digunakan antara lain sentrifuge (K-Centrifuge PLC Series), tabung sentrifuge, pipet, blender (Miyako), labu ukur (Pyrex), spektrofotometer *UV-Vis* (Shimadzu 1700 PC), kertas saring, tabung reaksi, mortar, stemper, neraca analitik, gelas beaker (Pyrex), batang pengaduk, cawan porselin, kertas tumerik, lemari es.

### 2.3 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.

### 2.4 Optimasi Panjang Gelombang

Diambil 1 ml larutan induk boraks 100 ppm, kemudian diberi perlakuan seperti uji kuantitatif. Selanjutnya diukur absorbansi pada rentang 500-600 nm.

### 2.5 Uji Kualitatif dengan Kertas Tumerik

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.

### 2.6 Validasi Metode

#### 2.6.1 Uji Linieritas

Larutan standart boraks dibuat variasi konsentrasi 5 ppm, 20 ppm, 35 ppm, 50 ppm, 65 ppm. Dibaca absorbansi masing-masing konsentrasi dan direplikasi sebanyak 3 kali. Dibuat kurvas kalibrasi dengan konsentrasi standart (sumbu x) dan absorbansi (sumbu y). persyaratan untuk uji linieritas yang baik adalah nilai koefisien korelasi mendekati 1.

#### 2.6.2 Uji Akurasi

Uji akurasi dilakukan dengan menggunakan metode *spiking* dengan menambahkan sejumlah tertentu analit yang diperiksa (standart) ke dalam sampel yang sudah dianalisis dan diberi perlakuan seperti uji kuantitatif. Dibaca absorbansi dengan spektrofotometer *UV-Vis* pada panjang gelombang maksimum dan dihitung %*recovery*. Persyaratan uji akurasi yang baik antara 90-12-%.

#### 2.6.3 Uji Presisi

Uji presisi dilakukan seperti uji kuantitatif kemudian dibaca absorbansi menggunakan spektrofotometer *UV-Vis* pada panjang gelombang maksimum. Dihitung hasil absorbansi dan ditentukan nilai *relative standar deviasi* (RSD). Nilai yang didapat memenuhi kriteria persyaratan uji presisi yaitu sebesar ≤ 2%.

#### 2.6.4 Uji LOD & LOQ

Uji presisi dilakukan seperti uji kuantitatif kemudian dibaca absorbansi menggunakan spektrofotometer *UV-Vis* pada panjang gelombang maksimum. Dihitung hasil absorbansi dan ditentukan nilai LOD & LOQ.

#### 2.7 Uji Kuantitatif dengan Spektrofotometer 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 maksimum dan dilakukan 3 kali replikasi.

### 3 Hasil dan Pembahasan

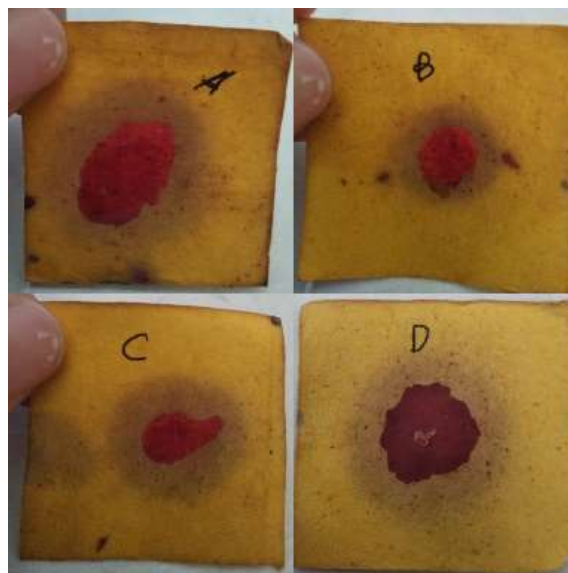
#### 3.1 Optimasi Panjang Gelombang

Penentuan panjang gelombang maksimum bertujuan agar absorbansi sampel berada pada panjang gelombang maksimum sehingga didapat hasil yang maksimal [5]. Hasil pengukuran panjang gelombang serapan maksimum boraks adalah 506 nm yang dipilih berdasarkan serapan tertinggi.

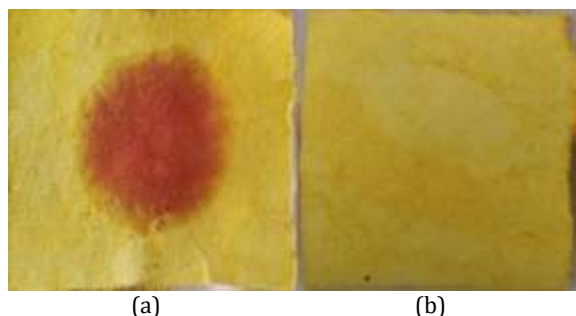
#### 3.2 Uji Kualitatif dengan Kertas Tumerik

Hasil dari penelitian ini, sampel positif mengandung boraks yang ditandai adanya perubahan warna seperti pada gambar 2. Warna 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 seperti pada gambar 2. Diperoleh 4 sampel diduga positif mengandung boraks yang

ditandai warna kertas tumerik yang berubah warna seperti pada gambar 1.



Gambar 1. Pengujian sampel dengan kertas kurkumin



Gambar 2. (a) Kontrol positif, (b) kontrol negatif

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 [6].

#### 3.3 Validasi Metode

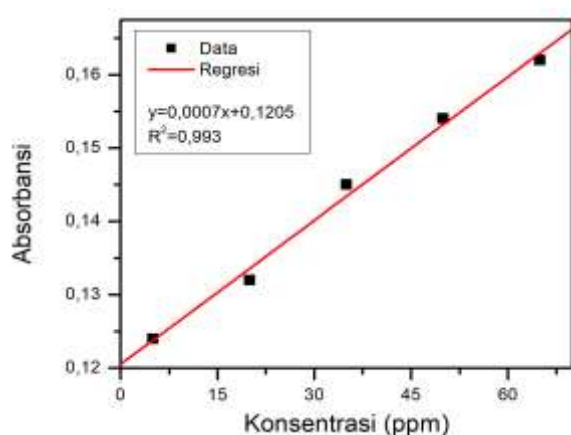
##### 3.3.1 Uji Linieritas

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 ( $r$ ). Berdasarkan gambar 3

diperoleh kurva kalibrasi didapatkan persamaan regresi linier  $y = 0,0007x + 0,1205$  dengan nilai koefisien korelasi yaitu 0,993.

Tabel 1. 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



Gambar 3 Kurva kalibrasi boraks

Koefisien korelasi yang dapat diterima yaitu jika nilai ( $R^2$ ) mendekati 1 [7]. Dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini terdapat hubungan antara konsentrasi dengan absorbansi dengan nilai korelasi yang baik dan memenuhi persyaratan yaitu mendekati 1.

### 3.3.2 Uji Akurasi

Akurasi (kecermatan) adalah kedekatan hasil pengukuran dalam sampel yang diperoleh dari suatu metode dibandingkan kadar analit yang sebenarnya. Pada penelitian ini dilakukan metode *spiking* dengan menambahkan sejumlah tertentu analit yang diperiksa (standart) ke dalam sampel yang sudah dianalisis [8]. Rata-rata persen *recovery* yang diperoleh sebesar 96,5 % seperti pada Tabel 2. Persen perolehan kembali (% *recovery*) yang didapatkan terdapat pada rentang 90 – 110 % [5]. Dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini persen perolehan kembali yang didapat diterima dan memenuhi persyaratan.

Tabel 2. Hasil uji akurasi

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

### 3.3.3 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. Berdasarkan Tabel 3 diperoleh nilai persen *relative standart deviation* (RSD) sebesar 0,375 %. Nilai yang didapat telah memenuhi kriteria persyaratan uji presisi yaitu, sebesar  $\leq 2\%$  [5]. Dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini Nilai *Relative Standart Deviasion* (RSD) yang didapat diterima dan memenuhi persyaratan.

Tabel 3. 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

### 3.3.4 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 [4]. Berdasarkan tabel 4 hasil uji batas deteksi (LOD) sebesar 48,565 sedangkan konsentrasi analit terendah yang dapat diukur secara kuantitatif (LOQ) sebesar 161,381.

Tabel 4. 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

### 3.4 Uji Kuantitatif dengan Spektrofotometer UV-Vis

Uji kuantitatif boraks bertujuan untuk mengetahui 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  $x$ . Berdasarkan Tabel 5 didapatkan hasil 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.

Tabel 5. Hasil Uji Kuantitatif

Sampel	Replikasi (R)	Kadar (ppm)	s
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 permenkes RI Nomor 033 Tahun 2012, boraks merupakan salah satu bahan tambahan pangan yang dilarang penggunaannya, sehingga meskipun kadarnya rendah tetap dilarang penggunaannya [9]. Rahman *et al.*, (2016), mengemukakan bahwa konsentrasi boraks dapat menyebabkan keracunan berkisar antara 20-150 mg/L [10].

Seringnya mengkonsumsi 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 [11].

## 4 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan diperoleh 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 Daftar Pustaka

- [1] Winarno, F.G. 2004. *Kimia Pangan dan Gizi*. Gramedia Pustaka Utama. Jakarta.
- [2] David, Yohanes. 2019. Kerupuk Puli Boraks Serbu Pasar Tradisional Tulungagung, Dinkes Sebut Cirinya Tak Pakai Merek. *Tribun News.com*. (<https://surabaya.tribunnews.com/2019>) Diakses 10 Agustus 2020.
- [3] 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.
- [4] Rahayu, WP, Wulandari N, Nurfaidah D, Koswara S, Subarna, Kusumaningrum HD. 2011. *Keamanan Pangan Peduli Kita Bersama*. Bogor: IPB Press.
- [5] Lestari, Dwi. 2016. Penentuan Kadar Boraks Pada Kurma (*Phoenix Dactylifera*) Dengan Metode Spektrofotometri Uv-Vis. Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Setia Budi, Surakarta.
- [6] Rusli, Raisani. 2009. Penetapan Kadar Boraks Pada Mie Basah yang Beredar di Pasar Ciputat Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis Menggunakan Pereaksi Kurkumin. Skripsi. Univesitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah, Yogyakarta
- [7] Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian, Dep. Farmasi. FMIPA-UI, Jakarta*.
- [8] Riyanto. 2014. Validasi dan Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. Yogyakarta: Deepublish.
- [9] Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia. 2012. Peraturan Mentri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 033 Tahun 2012

- tentang Bahan Tambahan Pangan. Jakarta: Menteri Kesehatan Republik Indonesia
- [10] Rahman, K.R.D., Arumsari, A., Herawati, D. 2016. Pengembangan Metode Preparasi Sampel Siomay dalam Analisis Natrium Tetraborat. *Prosiding Farmasi*. pp 293-299.
- [11] Lintong P.M., Liliy, Loho., Rico, Lukas. 2014. Gambaran Histopatologi Hati Tikus Wistar Yang Diberikan Boraks. *Jurnal e-Biomedik*, vol. 2, no. 3. Manado: Universitas Sam Ratulangi November 2014.