

ANALISA BENSORSAK SECARA KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI: STUDI KASUS SAMPEL SAOS SAMBAL DARI INDUSTRI RUMAH TANGGA DI PEKANBARU

Musyirna Rahmah Nasution, Armon Fernando, Suhelmi

Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Riau
musyirnarahmah@yahoo.com

ABSTRAK

Natrium benzoat, kalium sorbat dan natrium sakarin merupakan bahan pengawet dan pemanis yang digunakan dalam makanan dan minuman. Telah dilakukan penentuan kadar natrium benzoat, kalium sorbat dan natrium sakarin (BENSORSAK) dalam saos sambal produksi industri rumah tangga dengan menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Kadar natrium benzoat untuk sampel A 2.577,33 mg/kg, sampel B 858,25 mg/kg, sampel C 1.905,88 mg/kg dan sampel D 2.295,83 mg/kg. Kadar natrium benzoat pada Sampel A, C dan D melebihi batas maksimal Menteri Kesehatan RI No 722 / IX / 88, yaitu 1 g/kg untuk asam benzoat atau garamnya. Kadar natrium sakarin yang terdapat pada sampel B 129,98 mg/kg dan sampel C 133,01 mg/kg masih dalam batas yang ditetapkan PerMenkes RI yaitu 0,5 g/kg. Sedangkan kalium sorbat tidak ditemukan dalam sampel saos sambal.

Kata kunci: BENSORSAK, KCKT, saos sambal

1. PENDAHULUAN

Produk kemasan sangat banyak dihasilkan oleh produsen makanan maupun minuman. Berbagai promosi dilakukan oleh produsen untuk menarik minat masyarakat sebagai konsumen untuk mengkonsumsi produk yang mereka hasilkan. Salah satunya saos sambal. Saos sambal merupakan salah satu kelompok makanan olahan atau awetan dengan tekstur setengah basah yang berupa pasta berwarna merah segar. Sehari-hari saos sambal digunakan sebagai bumbu atau penyedap masakan yang cocok dihidangkan dengan beraneka ragam makanan. Komposisi jenis dan bahan tambahan yang tepat akan menghasilkan cita rasa yang lezat serta memenuhi selera banyak orang.

Berbagai macam komposisi tambahan dalam saos sambal yang ditambahkan oleh produsen untuk menampilkan kualitas produknya. Beberapa diantaranya adalah asam benzoat, sorbat dan sakarin. Asam benzoat dan sorbat dalam saos sambal berfungsi sebagai pengawet untuk menghambat pertumbuhan mikroba. Sedangkan sakarin berfungsi memberikan cita rasa manis. Penggunaan asam benzoat, sorbat,

dan sakarin dalam kadar melewati batas dapat membahayakan kesehatan. Bila dikonsumsi pada kadar yang berlebihan yang ditetapkan peraturan pemerintah atau Standar Nasional Indonesia menyebabkan sakit perut dan lesu (Wisnu, 2006). Bahan Tambahan Pangan (BTP) seperti pengawet dan pemanis diperbolehkan dengan kadar yang telah ditetapkan oleh MenKes RI dalam peraturan: Menteri Kesehatan RI No. 722/Menkes/Per/IX/88.

Pada penelitian ini akan dilakukan pengujian kadar asam benzoat, sorbat dan sakarin yang terkandung dalam saos sambal produksi rumah tangga apakah telah memenuhi syarat sesuai dengan peraturan Menteri kesehatan RI No 722 / IX / 88, yaitu 1 g/kg untuk asam benzoat atau garamnya, 1 g/kg untuk kalium sorbat dan 0,5 g/kg untuk natrium sakarin. Analisis bahan tambahan makanan di dalam saos sambal pada penelitian ini menggunakan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT), karena analisis dengan KCKT cepat, daya pisah baik, peka, penyiapan sampel mudah, dan dapat dihubungkan dengan detektor yang sesuai (Jhonson, 1991). Beberapa pustaka menunjukkan

bahwa metode KCKT fase terbalik merupakan metode terpilih untuk analisis campuran bahan tambahan tersebut, karena zat-zat tersebut bersifat polar dan larut dalam air sehingga sulit dipisahkan menggunakan KCKT fase normal yang menggunakan kolom polar dan fase gerak yang bersifat non polar (Meyers, 2000; Nollet, 1996).

2. METODE PENELITIAN

Tanah lempung alam yang telah Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat KCKT (Shimadzu®) yang terdiri dari pompa KCKT MODEL LC-20, detektor UV-VIS model SPD-20 A. Kolom C-18 (Shimadzu®) (25 cm x 4,6 mm), pH meter (Jenway®). Neraca Semimikro (Presisa®), Neraca Analitik (Presisa®). Penghawa udara ultrasonic (Branson 3200). Saringan filter eluen dan sampel 0,45 µm (Whatman®). Sedangkan alat gelas yang digunakan adalah beker gelas, labu ukur, test tube, corong, batang pengaduk, pipet tetes (Pyrex®), dan spatel.

Bahan baku pembanding digunakan baku dari PPMN, natrium benzoat (Kadar 100,34 %. No Kontrol 207222. Kadar air 2,22 %), natrium sakarin (Kadar 87,70 %. No Kontrol 198303) , dan asam sorbat (Kadar 99,78 %. No Kontrol 196017). Sedangkan untuk pelarut digunakan Metanol p.a (Merck®), dan aquabides (Ikaparmindo). Untuk fasa gerak digunakan Dapar fosfat KH₂PO₄ (Merck®) dan K₂HPO₄ (Merck®) 10 mmol: Metanol (96:4). Sampel yang digunakan sampel saos sambal produksi rumah tangga.

Prosedur Kerja

a. Pengambilan Sampel

Sampel berupa saos sambal produksi rumah tangga yang diambil di 3 (tiga) lokasi yaitu Pasar Pagi Simpang Empat Arengka, Pasar Cik Puan dan Pasar Pusat. Masing-masing diambil 4 (empat) nomor dan dipilih secara acak dengan kode sebagai berikut:

1. Saos Sambal Kode A
2. Saos Sambal Kode B.
3. Saos Sambal Kode C
4. Saos Sambal Kode D

b. Pembuatan Reagen Dapar Fosfat 10 mmol
Sebanyak 0,87090 gram K₂HPO₄ (BM 174,18) dan 0,68045 gram KH₂PO₄ (BM 136,09) ditimbang seksama dan dimasukkan dalam labu ukur 1000 ml. Dilarutkan dengan aquabides hingga garis batas dan di cek pH hingga 6,8.

c. Pembuatan Larutan Baku Induk 1 mg/ml = 1000 ppm

Dibuat larutan standar sejumlah 50 mg masing - masing garam atau asam benzoat, asam sorbat dan natrium sakarin dilarutkan bersama - sama dalam labu tentukur 50 ml menggunakan larutan campuran metanol - air (60: 40) hingga 50 ml.

d. Pembuatan Larutan Baku kurva Kalibrasi

Serial larutan baku dibuat dengan memipet larutan baku induk berturut - turut yaitu 0,5 ml; 1,0 ml; 1,5 ml; 2,0 ml; 2,5 ml; 3,0 ml; 3,5 ml. Kemudian dimasukkan dalam labu 50 ml dan diencerkan dengan metanol: air (60: 40) hingga 50 ml, kemudian diultrasonik, setelah dingin kemudian disaring menggunakan membran filter diameter 0,45 µm disuntikkan ke alat KCKT dengan kondisi fasa gerak Metanol-Dapar fosfat pH 6,8 (4: 96) dan kecepatan lajur alir 1,7 ml/menit terpilih menggunakan kolom RP 18 CLC Oktadesilsilana (25 cm x 0,46 cm) dengan suhu 30°C Dari data pengukuran dibuat kurva kalibrasi dengan menggunakan persamaan garis regresi linier ($y = a + bx$) dimana x adalah konsentrasi dan y adalah luas puncak perbandingan (larutan A).

e. Pembuatan Larutan Uji

Sejumlah lebih kurang 1 gram sampel yang telah dihomogenkan ditimbang seksama, dimasukan dalam labu tentukur 50 ml, kemudian ditambahkan larutan campur metanol - air (60: 40) hingga 50 ml, kemudian diultrasonik, setelah dingin kemudian disaring menggunakan kertas saring, hasil saringan kemudian disaring menggunakan membran filter diameter 0,45 µm. (Larutan B).

f. Penetapan Kadar Benzoat, Sorbat, Sakarin (PPOM, 2007)

Larutan A dan B masing – masing disuntikan ke alat KCKT dengan kondisi sebagai berikut:

Fasa Diam : Kolom Oktadesilsilana (25 cm x 0,46 cm, um)

Fasa Gerak : Metanol - Dapar fosfat pH 6,8 (4:96).

Laju Alir : 1.7 ml / menit.

Detektor : UV 225 nm.

Vol Penyuntikan: 20 µl.

g. Analisa Data

Kadar asam benzoat, dan asam sorbat dalam saos sambal maksimum 1000 mg/kg tunggal atau campuran dengan garamnya dan 500 mg/kg untuk sakarin.

Kadar asam benzoat, asam sorbat dan sakarin dalam cuplikan dihitung dan ditetapkan menggunakan kurva kalibrasi dengan persamaan garis lurus: $Y = a + bx$, dimana:

Y = area X = konsentrasi

a = intersept b = slope

$$\text{Kadar Asam Benzoat} = \frac{\text{BM As.Benzoat}}{\text{BM Na.Benzoat}} \times \frac{(Y - a)}{b} \times \frac{fp}{\text{brt spl}}$$

Atau

$$= \frac{\text{BM As.Benzoat}}{\text{BM Na.Benzoat}} \times \frac{(X \times fp)}{\text{brt spl}}$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Kondisi KCKT yang digunakan pada analisis sampel dengan volume penyuntikan 20 µl, fase diam oktadesilsilana (C18), fase gerak metanol: dapar phospat pH 6,8 (4:96), laju alir 1,7 ml/menit, dengan detector panjang gelombang

UV 225 nm. Mekanisme pemisahan yang terjadi didasarkan pada kompetensi antara fase gerak dan sampel berikatan dengan kolom. Zat yang keluar terlebih dahulu, adalah zat yang lebih polar daripada zat yang lainnya, sedangkan zat yang tertahan lebih lama dari kolom, merupakan zat yang lebih non polar. Semakin polar fase gerak, waktu tambat sampel semakin lambat dan semakin non polar fase gerak, sampel semakin cepat keluar (Meyers,2000).

Data kurva kalibrasi asam benzoat yang dihitung berdasarkan kadar baku asam benzoat terhadap area diperoleh persamaan regresi $Y = 58132X + 54188$ (Tabel 1). Berdasarkan persamaan regresi tersebut ditentukan kadar asam benzoat sampel masing-masing kadar berturut-turut adalah sampel A = 2.577,33 mg/kg, sampel B = 858,25 mg/kg, sampel C = 1.905,88 mg/kg dan sampel D = 2.295,83 mg/kg (Tabel 2). Saos sambal sampel B yang memenuhi syarat dari Permenkes, yaitu maksimal 1000 mg/kg untuk saos sambal, sedangkan untuk sampel A, sampel C dan sampel D tidak memenuhi syarat yang telah ditetapkan PerMenkes RI No. 722/Per/IX/88.

Tabel 1. Data Kalibrasi Baku Seri Natrium Benzoat dengan persamaan regresi
 $Y = 58132X + 54188$

Vol (ml)	FP (ml)	Bk (ppm)	Kadar (ppm)	Area	RT (menit)
0.5	50	981.71	9.8171	631185	6.73
1.0	50	981.71	19.6342	1197120	6.71
1.5	50	981.71	29.4513	1766040	6.68
2.0	50	981.71	39.2684	2331164	6.68
2.5	50	981.71	49.0855	2880396	6.67
3.0	50	981.71	58.9026	3505126	6.65
3.5	50	981.71	68.7197	4047451	6.63

Tabel 2. Kadar Asam Benzoat Sampel Saos Sambal

Nama Sampel	Bobot (g)	FP (ml)	Respon Puncak (Area)	RT (menit)	Slope	Intersep	Kadar (mg/kg)	Rata-rata
A	A1	1,0009	1834387	6.41	58132	54188	2578,51	2577,33
	A2	1,0021	1834900	6.41	58132	54188	2576,16	
	B1	1,0053	655351	6.46	58132	54188	857,56	
B	B2	1,0061	656768	6.44	58132	54188	858,94	858,25
	C1	1,0029	1375615	6.55	58132	54188	1905,04	
C	C2	1,0028	1374588	6.56	58132	54188	1906,72	1905,88
	D1	1,0009	1640088	6.42	58132	54188	2295,52	

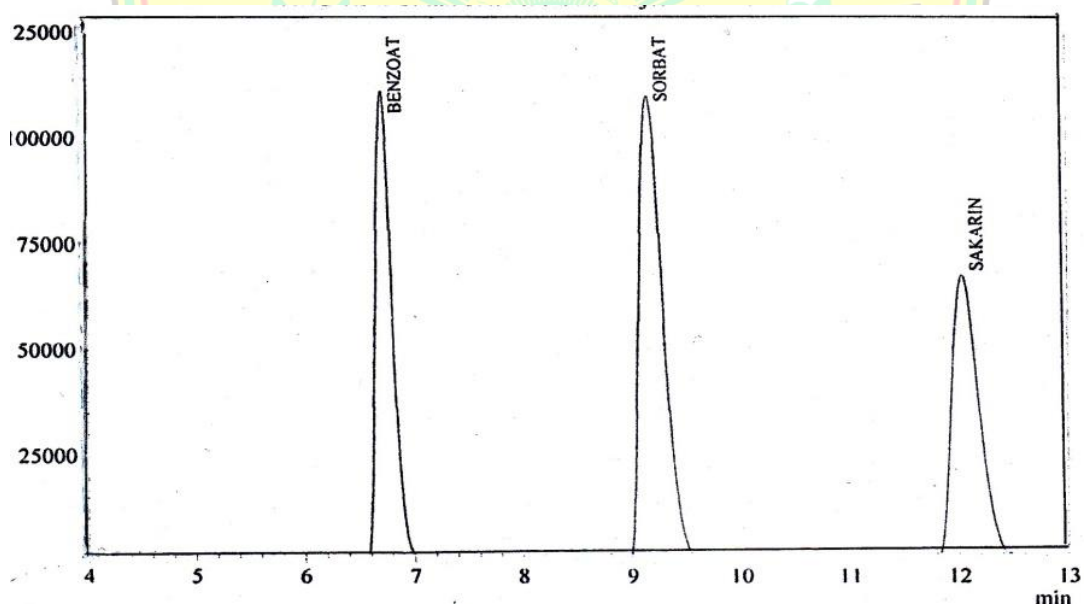
Nama Sampel		Bobot (g)	FP (ml)	Respon Puncak (Area)	RT (menit)	Slope	Intersep	Kadar (mg/kg)	Rata-rata
D	D2	1,0004	100	1639724	6.42	58132	54188	2296,14	2295,83

Keterangan: RT : Retention Time (waktu tambat)

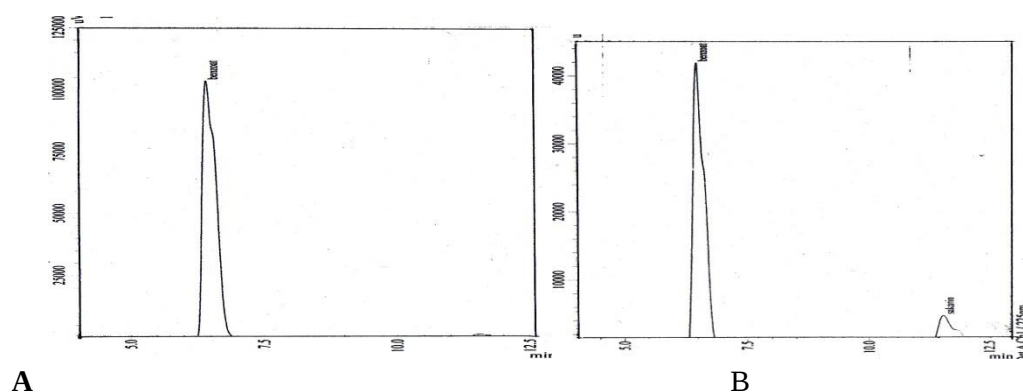
Tabel 3. Data Kalibrasi Baku Seri Kalium Sorbat dengan Persamaan Regresi

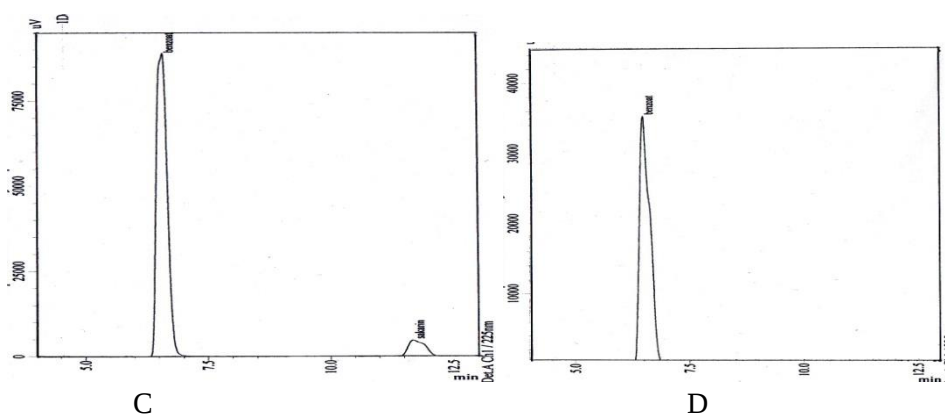
$$Y = 79287X + 74143$$

Vol (ml)	FP (ml)	Bk (ppm)	Kadar (ppm)	Area	RT (menit)
0.5	50	1008.78	10.0878	879176	9.2
1.0	50	1008.78	20.1756	1675378	9.15
1.5	50	1008.78	30.2634	2477804	9.11
2.0	50	1008.78	40.3512	3264154	9.1
2.5	50	1008.78	50.439	4040812	9.08
3.0	50	1008.78	60.5268	4910174	9.06
3.5	50	1008.78	70.6146	5666712	9.03



Gambar 1. Kromatogram baku asam benzoat, sorbat dan sakarin dengan seri 1,0 ml. volume penyuntikan 20 µl, fase diam oktadesilsilan (C18), fase gerak metanol: dapar phospat pH 6,8 (4:96), laju alir 1,7 ml/menit, dengan detector panjang gelombang UV 225 nm





Gambar 2. Kromatogram: asam benzoat pada sampel A, asam benzoat dan sakarin pada sampel B, asam benzoat dan sakarin pada sampel C, dan asam benzoat pada sampel D.

Data kurva kalibrasi natrium sakarin yang dihitung berdasarkan kadar baku natrium sakarin terhadap area diperoleh persamaan regresi $Y = 64703X + 31121$. Berdasarkan persamaan regresi tersebut diperoleh kadar natrium sakarin pada

saos sambal sampel B = 129,98 mg/kg dan sampel C = 133,01 mg/kg. Sedangkan untuk sampel A dan sampel D tidak ditemukan kadar pemanis natrium sakarin.

Tabel 4. Kadar Konsentrasi Baku Seri Natrium Sakarin

Vol (ml)	FP (ml)	Bk (ppm)	Kadar (ppm)	Area	RT (menit)
0.5	50	883.31	8.8331	614562	12.06
1.0	50	883.31	17.6662	1175304	12.03
1.5	50	883.31	26.4993	1746973	11.98
2.0	50	883.31	35.3324	2299417	11.99
2.5	50	883.31	44.1655	2859749	11.98
3.0	50	883.31	52.9986	3489510	11.96
3.5	50	883.31	61.8317	4035082	11.94

Tabel 5. Kadar analisa dari natrium sakarin yang didapat ($y = a + bx$)

Nama Sampel	Bobot (g)	FP (ml)	Respon Puncak (Area)	RT (menit)	Slope	Intersep	Kadar (mg/kg)	Rata-rata
B	B1	1,0053	100	115716	11.52	64703	31121	130,05
	B2	1,0061	100	115691	11.52	64703	31121	129,91
	C1	1,0029	100	117484	11.52	64703	31121	133,05
C	C2	1,0028	100	117399	11.52	64703	31121	132,97

Bahan Tambahan Pangan dapat digunakan dalam pengolahan pangan namun tidak boleh melebihi ambang batas yang diizinkan dalam Permenkes RI No. 722/Menkes/Per/IX/88.

Adapun BTP yang dilarang penggunaannya, adalah asam borak (*Boric Acid*) dan senyawanya, asam salisilat dan garamnya (*salicylic acid and its salt*), dietilpirokarbonat

(diethylpyrocarbonate, DEPC), dulsin (Dulcin), kalium klorat (potassium chlorate), kloramfenikol (chloramphenicol), minyak nabati yang dibrominasi (brominated vegetable oils), nitrofurazon (nitrofurazone), dan formalin (formaldehyde) (Wisnu, 2006; Winarno, 1997).

Hasil penelitian diketahui bahwa kadar asam benzoat pada saos sambal industri rumah tangga untuk sampel A, C dan D melebihi batas maksimum yang diizinkan. Kadar asam benzoat sebagai pengawet yang diperoleh tidak layak dikonsumsi karena batas maksimum SNI 01 3548 1994 (SNI Saos Cabe) dan Permenkes RI No. 722 / Menkes / Per / IX / 88 adalah 1g / kg untuk saos sambal, sehingga saos sambal yang terdapat pada 3 (tiga) sampel yang diuji tidak layak untuk dikonsumsi. Berdasarkan data tersebut diketahui bahwa masih banyak produsen yang tidak mengerti dan memahami peraturan kesehatan yang berlaku tentang penggunaan bahan tambahan makanan serta efek samping bagi kesehatan. Oleh karena itu diperlukan peranan instansi pemerintah terkait seperti Dinas Kesehatan atau BPOM untuk mengawas dan memberikan penyuluhan serta mengontrol industri rumah tangga dalam pemberian bahan tambahan pengawet.

4. KESIMPULAN

Penetapan kadar asam benzoat, sorbat dan sakarin pada saos sambal produksi industri rumah tangga dengan KCKT diperoleh 3 (tiga) sampel mengandung pengawet asam benzoat dengan kadar untuk sampel A= 2.577,33 g/kg, sampel C = 1.905,88 g/kg dan sampel D = 2.295,83 yang tidak memenuhi syarat (TMS) seperti tercantum dalam PerMenkes RI No.722/Menkes/ Per/IX/88

yaitu 1 g/kg. Pengawet asam sorbat tidak ditemukan pada ke 4 (empat) jenis sampel. Sedangkan kadar natrium sakarin yang terdapat pada sampel B 129,98 mg/kg dan sampel C 133,01 mg/kg masih dalam batas yang ditetapkan PerMenkes RI yaitu 0,5 g/kg.

5. DAFTAR PUSTAKA

- Badan POM RI, 2004, *Persyaratan Penggunaan Bahan Tambahan Pangan Pemanis Buatan dalam Produk Pangan*, Jakarta
- Johnson, E.L, 1991 *Dasar Kromatografi Cair*. Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Hayun, H dan C. N. Aziza, 2004 Penetapan Kadar Sakarin, Asam Benzoat, Asam Sorbat, Kofeina, Dan Aspartam di Dalam Beberapa Minuman Ringan Bersoda Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi. *Majalah Ilmu Kefarmasian*. Vol. 1. No. 3. Pp 148-159.
- Mulja, M, 1995 *Analisis Instrumental*. Penerbit Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Meyers, RA. *Encyclopedia of analytical chemistry*, vol 13, New York:John Wiley and Sons Ltd, 2000:11428-11450.
- Nollet, Leo. *Handbook of food analysis*, vol 2, New York: Marcell Dekker Inc, 1996: 1745-1746, 1835-1844, 1853-1857.
- Pusat Pengujian Obat dan Makanan Nasional
- Badan POM RI, 2007, *Penetapan Kadar Asam Benzoat, Asam Sorbat, dan Sakarin dalam Saus Sambal dan Sirup*, Jakarta.
- Wisnu, C, 2006, *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Penerbit Bumi Aksara, Jakarta
- Winarno, F.G, 1997. *Kimia Pangan dan Gizi*, PT Gramedia Pustaka Utama, Jakarta