

Pengembangan Metode Spektrofotometer UV-Vis Untuk Menentukan Kadar Boraks Dengan memanfaatkan Senyawa antosianin dari Ekstrak Buah Naga Sebagai Indikator

Siti khomsiyah, Qurrata Ayun, Reni Evi Eka Susanti

Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas PGRI Banyuwangi

Email korespondensi*: qu_rrata@yahoo.co.id

ABSTRAK

Saat mengolah makanan selalu diusahakan untuk menghasilkan produk makanan yang disukai dan bermutu baik serta aman untuk dikonsumsi. Akhir - akhir banyak pengusaha pangan yang umumnya dibuat oleh industri kecil atau rumah tangga mulai banyak menggunakan boraks untuk penambahan pada bahan makanan. Penggunaan boraks sebagai pengawet makanan dapat menyebabkan mual, muntah, diare dan lain – lain. Bagi yang mengkonsumsinya untuk jangka panjang dapat menyebabkan penyakit kanker, sebab zat pengawet tersebut sulit diuraikan oleh tubuh (Asterina, dkk). Dengan adanya kasus tersebut maka peneliti ingin mengembangkan metode untuk mendeteksi boraks pada sampel cilok yang beredar di jalan raya Kota Banyuwangi menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan memanfaatkan senyawa antosianinnya dari kulit buah naga merah untuk digunakan sebagai indikator warna. Dalam penelitian ini dapat diketahui bahwa senyawa Antosianin stabil pada waktu 0 sampai 45 menit, dan Senyawa Antosianin stabil Pada pH 3 (pH asam), kemudian pada uji panjang gelombang maksimum diperoleh panjang gelombang (λ) = 564 nm dan diperoleh kurva kalibrasi dengan regresi $y = 0.0018x + 0.002$ dengan $R^2 = 0.996$. Hasil validasi secara kualitatif dan kuantitatif sampel cilok yang beredar di jalan raya Kota Banyuwangi positif mengandung boraks, uji validasi tersebut menunjukkan bahwa semua metode yang telah dilakukan valid. Sehingga dapat dilakukan penetapan kadar boraks pada sampel cilok. Dari hasil penelitian ini, sampel cilok A dan cilok B positif mengandung borak dengan total 17.5 ppm pada cilok A, dan 76 ppm pada cilok B.

Kata Kunci : *Boraks, Kulit Buah Naga Merah, Antosianin, Spektrofotometer UV-Vis*

1. PENDAHULUAN

Dewasa ini penggunaan bahan tambahan makanan yang terlarang masih sering ditemukan, bahkan semakin meningkat terutama pada pengusaha pangan yang umumnya dihasilkan oleh industri kecil atau rumah tangga.

Boraks merupakan kristal lunak tidak berwarna atau serbuk hablur putih dan tidak berbau. Larutannya bersifat basa terhadap fenoftalen. Pada udara kering merapuh. Hablur sering dilapisi serbuk warna putih. Larut dalam 20 bagian air, praktis tidak larut dalam etanol(Winarno,1994).

Cilok yang mengandung boraks teksturnya lebih kenyal, bila digigit akan kembali ke bentuk semula dan warnanya akan tampak lebih putih. Ini berbeda dengan cilok yang baik, yang biasanya berwarna abu-abu segar merata pada semua bagian baik dipinggir maupun ditengah. cilok dengan warna abu-abu tua menandakan cilok tersebut dibuat dengan tambahan obat bakso yang berlebihan.

Berdasarkan hal tersebut, maka diperlukan identifikasi dan penetapan kadar boraks pada makanan yang dijual bebas di beberapa titik jalan di Kota Banyuwangi. Dengan memperhatikan sifat asam boraks yang berupa hablur transparan tidak berwarna, peneliti ingin memanfaatkan ekstrak kulit buah naga merah yang mengandung antosianin sebagai indikator warna.

Kulit buah naga merah memiliki kandungan nutrisi, seperti karbohidrat, lemak, protein dan serat pangan. Ekstrak dari kulit buah naga merah ini ternyata mengandung kadar antosianin 26,4587 ppm. Antosianin merupakan zat warna yang berperan untuk memberikan warna merah, yang berpotensi untuk digunakan sebagai zat pewarna alami untuk pangan dan dapat juga dijadikan sebagai alternatif pengganti warna sintetis yang lebih aman bagi kesehatan (Citramukti, 2008).

Antosianin yang terdapat pada kulit buah naga merah dapat digunakan untuk mendeteksi kandungan boraks dan formalin yang terdapat pada makanan. Hasil ekstraksi antosianin dari kulit buah naga ini selanjutnya akan digunakan sebagai indikator warna pada analisis boraks. Tujuan penelitian ini yaitu untuk mengetahui kandungan dan kadar boraks pada cilok yang berada di kota banyuwangi. Berdasarkan latar belakang diatas peneliti ingin mengetahui kandungan dan kadar boraks pada cilok yang barada di kota banyuwangi dengan menggunakan ekstrak kulit buah naga sebagai indikator.

2. METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain adalah kulit buah naga merah, aquadest, NaOH, KCl, asam sitrat, CH_3COONa , asam boraks (H_3BO_3), buffer fospat 0.1 M, H_2SO_4 .

Alat-alat yang digunakan adalah pisau, stoples, gelas beaker, neraca analitik, aluminium foil, botol vial gelap, botol semprot, corong pisah, pH meter, batang pengaduk, pipet mikro, pipet tetes, pipet ukur, labu ukur, gelas ukur, tabung reaksi, spektrofotometer UV Visible, stopwatch, Termometer, kompresor, erlenmeyer, kertas saring whatman.

3. Metodologi

Dilakukan uji warna golongan senyawa antosianin menurut Harborne (1987) yakni 0,5 gram ekstrak etanol kulit buah naga ditambahkan HCl 2M kemudian dipanaskan 100°C selama 5 menit.. Penetapan antosianin dilakukan dengan metode perbedaan pH yaitu pH 1 dan pH 4,5. Pada pH 1 antosianin akan berbentuk senyawa oxonium, sedangkan pada pH Ekstrak kulit buah naga merah sebanyak 3 mL, kemudian ditambah dengan 6 mL buffer phosphate 0.1 M dengan variasi PH (3, 4, 5, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12), kemudian dikocok hingga tercampur rata, kemudian di ukur untuk menentukan panjang gelombang (λ) maksimum dari (λ) 400-700 nm dengan interval 20 nm dan 2 nm, dengan menggunakan blanko sesuai dengan variasi PH yang di ukur.

Sebanyak 1 mL ekstrak buah naga merah dimasukkan kedalam tabung reaksi, ditambahkan 2 mL buffer phosphate pH 12 dikocok hingga homogen, kemudian ditambah dengan larutan asam boraks 50 ppm dikocok hingga homogen dan didiamkan selama ± 15 menit. Selanjutnya larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 450 – 700 nm (interval 10) dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis . Panjang gelombang maksimum dari hasil *scanning* panjang gelombang digunakan untuk penelitian selanjutnya.

Supernatant cilok diambil 1 mL, ditambah dengan 1 mL H_2SO_4 kemudian ditambah dengan buffer phosphate pH 12 dan ditambahkan 1 mL ekstrak kulit buah naga merah, kemudian dikocok hingga homogen dan didiamkan ± 15 menit kemudian di ukur dengan panjang gelombang (λ)= 546 dengan blangko buffer pH

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstraksi yang digunakan yaitu ekstraksi maserasi, Metode maserasi bertujuan untuk mengambil zat atau senyawa aktif yang terdapat pada suatu bahan menggunakan pelarut tertentu. Metode ini (maserasi) digunakan dengan mempertimbangkan sifat senyawa (antosianin) yang relatif rentan terhadap panas sehingga dikhawatirkan akan merusak bahkan menghilangkan senyawa yang akan dianalisa. Antosianin merupakan zat warna alami, selain digunakan untuk pewarna makanan, antosianin juga dapat digunakan sebagai

petunjuk adanya boraks pada makanan. Oleh asam kuat, boraks akan terurai dari ikatan-ikatannya menjadi asam boraks dan akan diikat oleh antosianin.

Perbandingan jumlah sampel dan pelarut pada proses maserasi sampel ini adalah 1 : 5, yaitu 10 g sampel dalam 50 mL pelarut asam sitrat 0.4 M, dan dimaserasi selama 2 jam. Penambahan asam sitrat berfungsi mendenaturasi membrane sel tanaman, yang kemudian melarutkan pigmen antosianin sehingga dapat keluar dari sel.

Penggunaan asam sitrat sebagai pelarut karena kondisi pelarut yang semakin asam dapat menyebabkan semakin banyak pigmen antosianin berada dalam bentuk kation flavilium atau oksonium yang berwarna dan pengukuran absorbansinya akan menunjukkan antosianin yang semakin besar (Fennema, 1996



Gambar 4.1 Ekstraksi Maserasi



Gambar 4.2 Hasil ekstraksi Maserasi

Uji fitokimia dilakukan untuk mengidentifikasi senyawa antosianin berupa uji warna yang menggunakan pelarut NaOH 2 M dan HCl 2M. hasil dari uji fitokimia antosianin pada ekstrak kulit buah naga merah dibandingkan dengan Harborne(1987). Hasil uji fitokimia antosianin dapat dilihat pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Uji Fitokimia Antosianin Ekstrak Kulit Buah Naga Merah

| Uji | Hasil | |
|--|--|---|
| | Penelitian | Harborne (1987) |
| Dipanaskan dengan HCl 2M selama 5 menit pada suhu 100 °C | Warna tetap (bertambah pekat) | Warna tetap (merah) |
| Ditambah larutan NaOH 2M tetes demi tetes | Warna berubah menjadi hijau dan memudar perlahan-lahan | Warna berubah menjadi hijau biru dan memudar perlahan-lahan |

Salah satu faktor yang mempengaruhi warna dari antosianin adalah pH. Sifat asam akan menyebabkan antosianin menjadi biru. Selain factor perubahan pH, konsentrasi pigmen, adanya campuran dengan senyawa-senyawa lain, jumlah gugus hidroksi dan metoksi juga mempengaruhi warna antosianin (Satyatama, 2008). Gugus hidroksi yang dominan menyebabkan warna cenderung biru relatif tidak stabil, sedangkan gugus metoksi yang dominan menyebabkan warna merah dan relatif lebih stabil.



Gambar 4.3 Warna ekstrak kulit buah naga merah



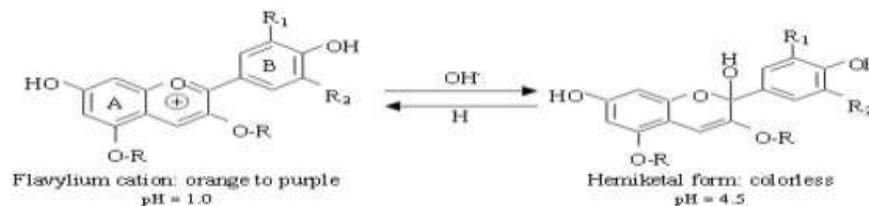
Gambar 4.4 Setelah ditambah HCL 2M



Gambar 4.5 Setelah ditambah larutan NaOH 2M

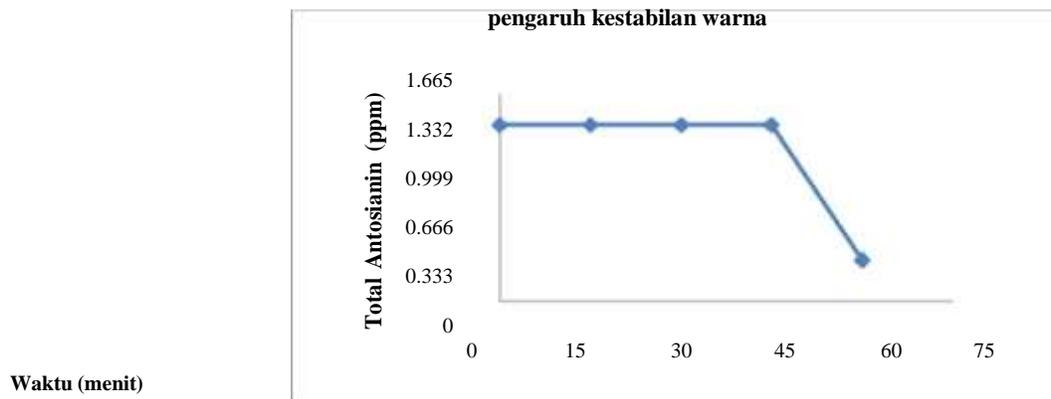
Penentuan konsentrasi total antosianin dengan metode ini dilakukan karena pada pH 1,0 antosianin membentuk senyawa oxonium (kation flavilium) yang berwarna dan pada pH 4,5 membentuk karbinol/hemiketal tak berwarna (Giusti M. M. and Wrolstad R. E., 2001). Kondisi inilah yang akan dijadikan acuan untuk menentukan absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS dari masing- masing ekstrak yang di hasilkan. Perubahan warna pada antosianin dalam tingkatan pH tertentu disebabkan sifat antosianin yang memiliki tingkat kestabilan yang berbeda. Misalnya, pada pH 1,0 antosianin lebih stabil dan warna lebih merah dibandingkan pH 4,5 yang kurang stabil dan hampir tidak berwarna.

Adapun struktur dan perubahan warna pada antosianin karena perbedaan tingkat PH, dapat di lihat pada gambar 4.6.



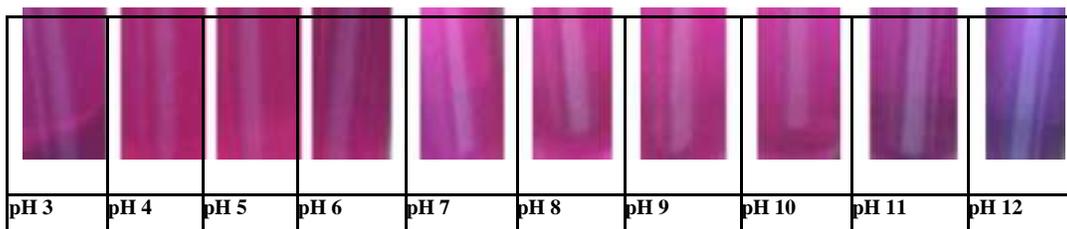
Gambar 4.6. Struktur Antosianin pada Kondisi pH 1,0 dan pH 4,5 (Wrolstad R,dkk., 2005).

Adapun pada proses pengukuran antosianin dilakukan pada panjang gelombang (510 nm dan 700 nm) untuk mencari titik nol. Panjang gelombang 510 nm adalah panjang gelombang maksimum untuk sianidin-3-glukosida, sedangkan panjang gelombang 700 nm untuk mengoreksi endapan yang masih terdapat pada sampel. Jika sampel benar-benar jernih maka absorbansi pada panjang gelombang 700 nm adalah 0 (Sutharut dan Sudarat, 2000). Pengamatan kestabilan warna dilakukan dengan mendinginkan larutan sebelum diukur selama jeda waktu (0, 15, 30, 45, 60 menit). Dari hasil penetapan senyawa antosianin dengan metode perbedaan pH (*pH Differential*) spektroskopi UV-Vis, Pada Gambar 4.7 menunjukkan bahwa kestabilan warna antosianin kulit buah naga merah, stabil pada waktu 0, 15, 30, 45 menit dan menunjukkan adanya penurunan kestabilan warna pada waktu 60 menit.



Gambar 4.7 Grafik pengaruh kestabilan warna terhadap total antosianin

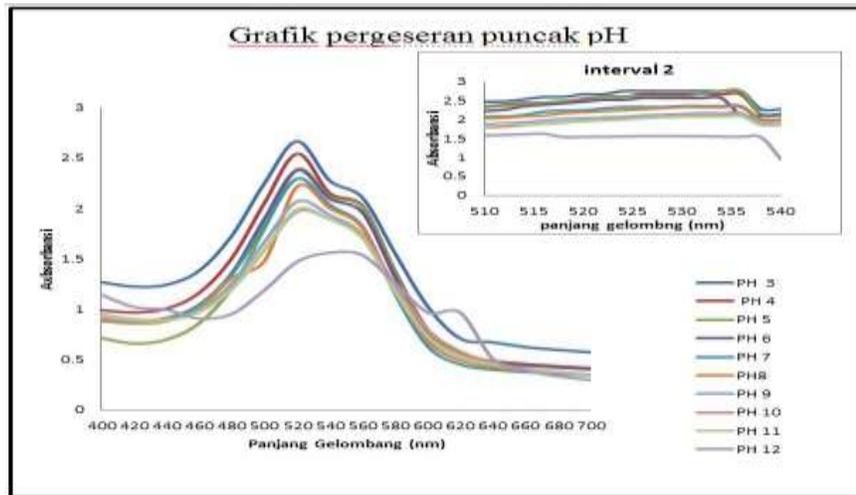
Sedangkan penyimpanan pada kondisi dingin dapat menghambat terjadinya reaksi kopigmentasi dan reaksi pencoklatan tersebut. Sehingga kepolaran suatu pelarut sangat berpengaruh pada ekstraksi antosianin kulit buah naga merah, Variasi pH yaitu 3 sampai 12.



Gambar 4.8 Warna ekstrak buah naga merah setelah ditambahkan buffer

Jenis transisi $n \rightarrow \pi$ pada molekul senyawa antosianin terjadi akibat adanya aoksokrom yang terikat pada molekul. Aoksokrom merupakan gugus fungsional yang mempunyai elektron bebas, seperti $-OH$; $-O$; dan $-OCH_3$. Terikatnya gugus aoksokrom pada gugus kromofor akan

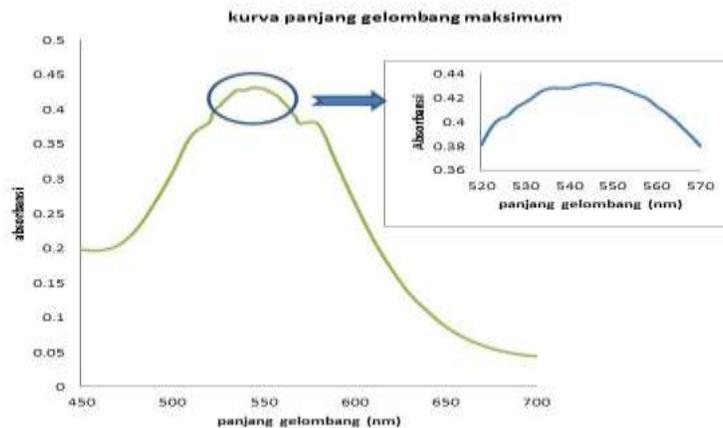
mengakibatkan pergeseran pita absorpsi ke panjang gelombang yang lebih besar atau batokromik.



Gambar 4.9 Grafik pergeseran puncak karena pengaruh pH

Pada grafik diatas dapat dilihat bahwa semakin tinggi pH puncak absorbansi yang diperoleh semakin menurun (bergeser). Pada pH 3 merupakan pH yang paling stabil dari struktur antosianin sehingga kandungan antosianin lebih tinggi dibandingkan pH 12 dan pH 7 (Dai dan Mumper, 2010). perubahan yang terjadi setelah penambahan larutan buffer 3 sampai 12 pada larutan menunjukkan perubahan warna yang hampir sama (gambar 4.8)

Perubahan warna tersebut terjadi karena perubahan struktur molekul antosianin akibat pengaruh pH. maka digunakan pH 12 untuk penelitian selanjutnya karena perubahan warna yang paling mencolok terdapat pada pH 12.



Gambar 4.10 Grafik kurva serapan panjang gelombang maksimum boraks

Sampel cilok diperoleh dari pedagang cilok yang terdapat dipinggir jalan kota banyuwangi. Ekstraksi sampel dilakukan dengan menghaluskan sampel cilok, dan dicampur dengan pelarut yaitu air.

Identifikasi boraks dari supernatan tersebut dilakukan secara kuantitatif menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

boraks akan terurai dari ikatan-ikatannya dan menjadi asam boraks. Adapun reaksi yang terjadi antara larutan sampel boraks dengan H₂SO₄ adalah sebagai berikut :



Asam boraks akan diikat oleh senyawa antosianin dan membentuk kompleks warna, kemudian ditambahkan buffer phosphate pH 12. Perubahan warna tersebut terjadi karena perubahan struktur molekul antosianin akibat pengaruh pH (Eskin, 1979).

Dari tabel 4.2 dengan kurva kalibrasi $y = 0.001x + 0.002$ diketahui pada sampel cilok A terdapat total boraks sebesar 17,5 ppm, dan pada sampel cilok B total boraks sebesar 76 ppm.

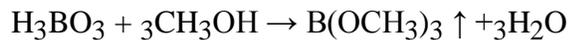
Tabel 4.2 Hasil Uji Kadar Borak Pada Sampel Cilok dengan Spektrofotometer UV-Vis (panjang gelombang = 546 nm).

| Sampel | Absorbansi | | | Arata-rata |
|----------------|------------|-------|-------|------------|
| | 1 | 2 | 3 | |
| A ₁ | 0.016 | 0.015 | 0.016 | 0.016 |
| A ₂ | 0.015 | 0.015 | 0.015 | 0.015 |
| A ₃ | 0.018 | 0.018 | 0.018 | 0.018 |
| B ₁ | 0.077 | 0.078 | 0.077 | 0.077 |
| B ₂ | 0.079 | 0.079 | 0.078 | 0.078 |
| B ₃ | 0.077 | 0.077 | 0.077 | 0.077 |

Validasi Dengan Metode kualitatif

Beberapa uji kualitatif yang dapat digunakan untuk analisis boraks, antara lain: reaksi dengan H₂SO₄ dan metanol pada abu sampel, reaksi kertas tumerik dan amonia dengan penambahan H₂SO₄ dan etanol, dan reaksi H₂SO₄ pada larutan sampel. Setelah kami melakukan uji kualitatif di laboratorium Dinas Kelautan Dan Perikanan Banyuwangi, pada sampel cilok A dan cilok B yang beredar di jalan raya Kota Banyuwangi positif mengandung boraks, dengan melihat hasil uji laboratorium pada tabel 4.3

Sampel yang mengandung boraks setelah dilakukan uji nyala api akan terbentuk nyala api berwarna hijau yang disebabkan oleh terbentuknya metil borat $B(OCH_3)_3$ atau etil borat $B(OC_2H_5)_3$. (18) Reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Sampel yang mengandung boraks setelah dilakukan uji dengan kertas tumerik akan berwarna coklat-kemerahan (Fuad, 2014).

Kesimpulan Dan Saran

Kesimpulan

antosianin stabil pada pH asam yaitu pH 3 dan pergeseran puncak pH paling signifikan terdapat pada pH 12. Kondisi kestabilan warna ekstrak antosianin dari kulit buah naga merah stabil pada waktu 0, 15, 30 dan 45 menit dengan total antosianin sebesar 1.419 mg/L. Dari hasil pengukuran panjang gelombang maksimal diperoleh $\lambda = 546$ nm dengan serapan sebesar 0,432, kemudian dapat diperoleh kurva kalibrasi dengan regresi $y = 0,0018x + 0,025$ dengan $R^2 = 0,9936$.

Saran

Perlu penelitian lebih lanjut tentang pengembangan metode Spektrofotometer UV-Vis untuk Perlu dilakukan analisis kandungan pengawet lain pada cilok yang beredar di jalan raya Kota Banyuwangi. Perlu adanya sosialisasi kepada masyarakat mengenai bahaya kandungan boraks.

Daftar Pustaka

- Belitz, H. D. and Grosch, W., 1999, *Food Chemistry, 2nd Edition*, Springer, Germany
- Citramukti, I. 2008. *Ekstraksi dan uji kualitas pigmen antosianin pada kulit buah naga merah (Hylocereus costaricensis).* Skripsi. Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Muhammadiyah Malang. Malang.
- Dreisbach, R.H. *Handbook of Poisoning, 8th ed.* Lange Medical Publication, Los Altos, California. 1974; 314-315
- Flanaga, R.J., Braithwaite, R.A., Brown, S.S., Widdop, B., de Wolff, F.A. *Basic Analytical Toxicology*, World Health Organization. Geneva 1995; 85
- Fuad, N.R., 2014, *Identifikasi Kandungan Boraks Pada Tahu Pasar Tradisional Di Daerah Ciputat: Skripsi.* Jakarta. Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan

- Goodman, LS., Gilman, A. *The Pharmacological Basis of Therapeutics 5th ed.* Macmillan Publishing Co., Inc., NY, 1975; 994 – 995.
- Gosselin, R.E., Smith, Robert P., Hodge, H.C., *Clinical Toxicology of Commercial Products, 5th ed* London. 66-68.
- Haddad, L.M., Winchester, J.F. *Texts on Clinical Management of Poisoning and Drug Overdose.* WB Saunders Co. Philadelphia-London-Montreal- Toronto-Sydney-Tokyo. 1990; 1447-1449.
- Harborne, J. B., 1987, *Metode Fitokimia Edisi ke-2, a.b.* Padmawinata, K., Soediro, I., Institut Teknologi Bandung, Bandung
- Hendayana, Sumar. 1994. *Kimia Analitik Instrumen.* Semarang: IKIP Semarang Press. Khopkar, S. M. 1983. *Konsep Dasar Kimia Analitik (Terjemahan).* Bombay : Indian Institute of Technology.
- Kristanto, D. 2008. *Buah Naga: Pembudidayaan di Pot dan di Kebun.* Jakarta: Penebar Swadaya,
- Li, C.W., *et al.* 2006. *Antioxidant and antiproliferative activities of red pitaya.* Journal Food Chemistry. Vol 95: 319-327.
- Markakis, P. 1982. *Anthocyanins as Food Additives. Di dalam Anthocyanins as Food Colors.* Markakis, P. (ed). 1982. Academic Press. New York.
- Mulyono, HAM. 2012. *Membuat Reagen Kimia di Laboratorium.* Jakarta : PT Bumi Aksara
- Naderi, Nassim *et al.* 2012. *Characterization and Quantification of Dragon Fruit (Hylocereus polyrhizus) Betacyanin Pigments Extracted by Two Procedures.* Pertanika J. Trop. Agric 35(1): 33-40.
- Moulana, R, *Efektivitas Penggunaan Jenis Pelarut dan Asam dalam Proses Ekstraksi Pigmen Antosianin Kelopak Bunga Rosella,* Jurnal Forum Teknik , Universitas Syah Kuala, Darussalam, Banda Aceh, Vol 4, No 3, 2012.
- Putra, A.K. 2009. *Formalin dan Boraks pada Makanan.* Bandung: Institut Teknologi Bandung
- Rein, M., 2005, *Copigmentation Reactions and Color Stability of Berry Anthocyanin,* Academic Dissertation, Helsinki: University of Helsinki
- Reynold, J. E. F. *Martindale The Extra Pharmacopoeia, 28th ed.* The pharmaceutical Press. London. 1982; 337, 432.
- Swastika, S., Y. Nurmili dan S. Suhendri. 2012. *Hama dan Penyakit Buah Naga.* Balai Pengkajian Teknologi Pertanian Riau - Badan Penelitian dan Pengembangan Pertanian Kementerian Pertanian. Pekanbaru
- Svehla, G. 1990. *Vogel : Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro.* Bagian II. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka

Tensiska, dkk., *Ekstraksi Pewarna Dari Buah Arben dan Aplikasinya dalam Sistem Pangan*, Jurnal Teknologi Pangan Fakultas Pertanian, UNPAD, Vol 6, 2006.

Vargas, F. *Natural Pigments: Carotenoids, Anthocyanins, and Betalains-Characteristics, Biosynthesis, Processing, and Stability*. Critical Reviews in Food Science and Nutrition.2000; 40

Waladi *et al.* 2015. *Pemanfaatan Kulit Buah Naga Merah (Hylocereus polyrhizus) Sebagai Bahan Tambahan Dalam Pembuatan Es Krim*. Jom Faperta, Vol. 2, No. 1.

Winarno,F.G dan Titi Sulistyowati," *Bahan Tambahan Untuk Makanan dan Kontaminasi*",Pustaka SinarHarapan, Jakarta,1992,101-08

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

Woodward,G, *et al.* 2009. "*Anthocyanin stability and recovery: implications for the analysisofclinical and experimental samples*".J. Agric. FoodChem.57 (12):5271-8.