





**PENETAPAN KADAR MONOSODIUM GLUTAMAT (MSG) PADA
BUMBU TABUR BALADO MENGGUNAKAN METODE
NIR-KEMOMETRIK**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Farmasi
dan mencapai gelar Sarjana Farmasi

Oleh:

Linda Devitasari Basuki

NIM 162210101016

BAGIAN KIMIA FARMASI

FAKULTAS FARMASI

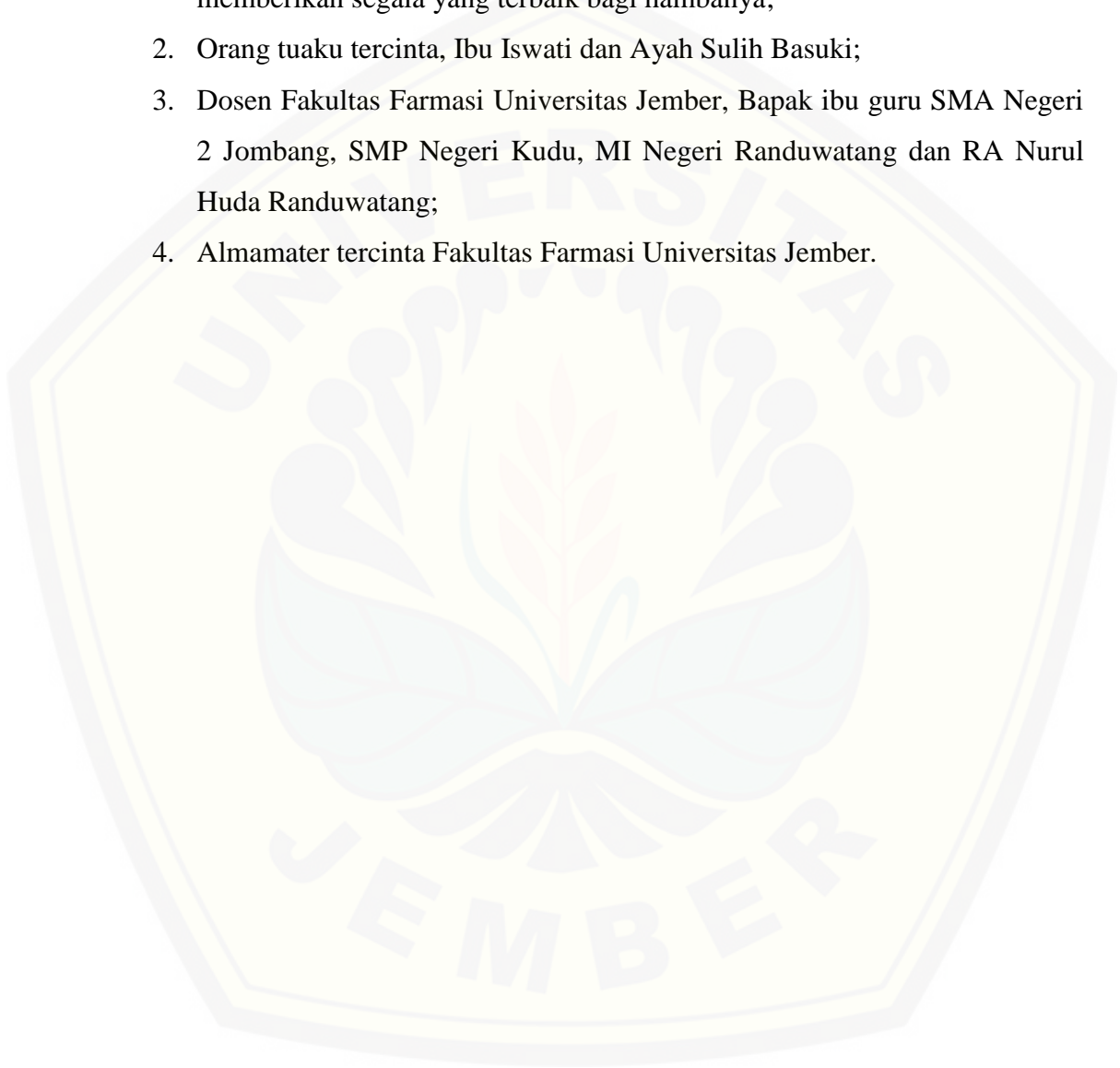
UNIVERSITAS JEMBER

2020

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Allah SWT atas rahmat, hidayah, dan petunjuk-Nya karena telah memberikan segala yang terbaik bagi hambanya;
2. Orang tuaku tercinta, Ibu Iswati dan Ayah Sulih Basuki;
3. Dosen Fakultas Farmasi Universitas Jember, Bapak ibu guru SMA Negeri 2 Jombang, SMP Negeri Kudu, MI Negeri Randuwatang dan RA Nurul Huda Randuwatang;
4. Almamater tercinta Fakultas Farmasi Universitas Jember.

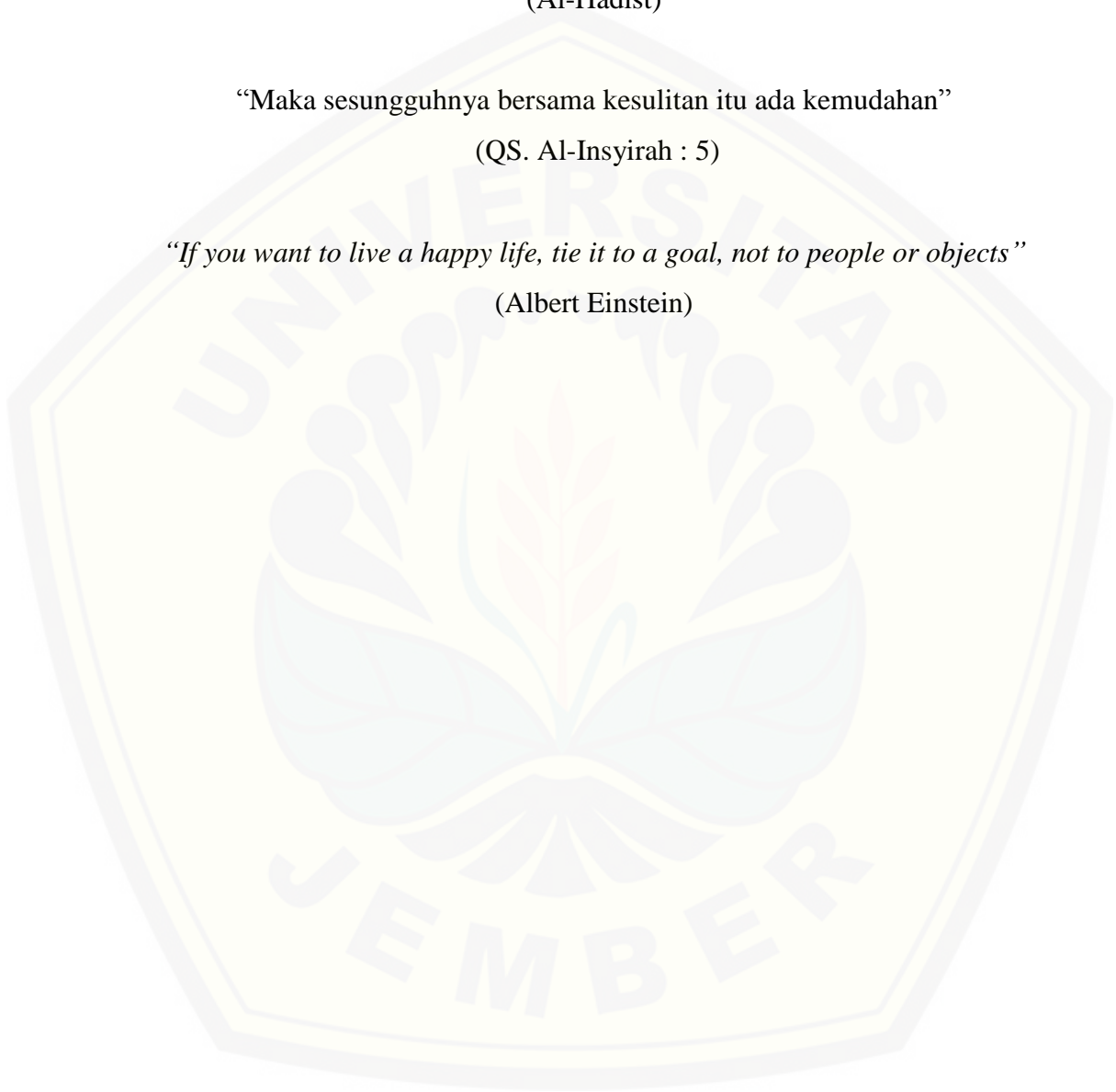


MOTTO

“Man Jadda Wa Jadda: Siapa yang bersungguh-sungguh pasti akan berhasil”
(Al-Hadist)

“Maka sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan”
(QS. Al-Insyirah : 5)

“If you want to live a happy life, tie it to a goal, not to people or objects”
(Albert Einstein)



PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Linda Devitasari Basuki

NIM : 162210101016

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “Penetapan Kadar Monosodium Glutamat (MSG) pada Bumbu Tabur Balado Menggunakan Metode NIR-Kemometrik” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, belum pernah diajukan pada institusi manapun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas kesalahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa ada tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 14 Mei 2020

Yang menyatakan,

Linda Devitasari Basuki

NIM 162210101016

SKRIPSI

**PENETAPAN KADAR MONOSODIUM GLUTAMAT (MSG) PADA
BUMBU TABUR BALADO MENGGUNAKAN METODE
NIR-KEMOMETRIK**

Oleh

Linda Devitasari Basuki

NIM 162210101016

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : apt. Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm.

Dosen Pembimbing Anggota : apt. Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Penetapan Kadar Monosodium Glutamat (MSG) pada Bumbu Tabur Balado Menggunakan Metode NIR-Kemometrik” karya Linda Devitasari Basuki telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal : Kamis, 14 Mei 2020

tempat : Fakultas Farmasi Universitas Jember

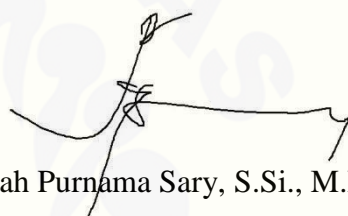
Tim Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama,

Dosen Pembimbing Anggota,



apt. Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm.
NIP. 197604142002122001



apt. Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm.
NIP. 198304282008122004

Tim Penguji

Dosen Penguji I,

Dosen Penguji II,



apt. Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M.Sc.
NIP. 198504282009121004



apt. Ari Satia N, S.F., GDipSc., MSc-res., PhD.
NIP. 197807212003121001

Mengesahkan

Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember,

apt. Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm.
NIP. 197604142002122001

RINGKASAN

Penetapan Kadar Monosodium Glutamat (MSG) pada Bumbu Tabur Balado Menggunakan Metode NIR-Kemometrik; Linda Devitasari Basuki, 162210101016; 2020; 77 halaman; Fakultas Farmasi, Universitas Jember.

Bumbu tabur balado (*balado seasoning powder*) merupakan salah satu bumbu instan dengan rasa balado yang mengandung monosodium glutamat (MSG) guna memberikan rasa gurih atau *umami* pada makanan. MSG adalah garam monosodium alami berbentuk asam L-glutamat. Berdasarkan *Food and Drug Administration (FDA)* dan *Federation of American Societies for Experimental Biology (FASEB)* rekomendasi kadar penggunaan MSG sebesar 0,1%-0,8% atau setara dengan 1–8 gram/kg makanan, baik tanpa penambahan penyedap rasa lain ataupun dengan dikombinasikan dengan penyedap rasa lainnya (Maluly dkk., 2017), namun dikarenakan tidak terteranya kadar MSG dalam label kemasan produk bumbu instan dan juga dengan tidak adanya batasan spesifik pengonsumsi MSG dari BPOM menyebabkan konsumen cenderung mengonsumsi MSG secara berlebihan. *Federation of American Societies for Experimental Biology (FASEB)* melaporkan bahwa konsumsi MSG secara berlebihan pada sebagian orang dapat menyebabkan terjadinya *MSG Symptom Complex*. Beberapa penelitian juga melaporkan bahwa efek toksik dari konsumsi MSG dalam kadar tinggi dapat memengaruhi fungsi organ tertentu seperti kerusakan organ hati, ginjal, terganggunya perkembangan embrio, dan disfungsi reproduksi.

Pada penelitian penetapan kadar MSG dilakukan menggunakan metode NIR-Kemometrik. Metode spektroskopi NIR dipilih karena memiliki beberapa kelebihan diantaranya non destruktif terhadap sampel, dapat menganalisis sampel dengan cepat, dan efisien dalam penggunaannya. Data spektra yang dihasilkan dari instrumen NIR cukup kompleks dan saling tumpang tindih, sehingga membutuhkan analisis multivariat berupa kemometrik. Analisis multivariat yang digunakan pada penelitian ini yaitu *Partial Least Square (PLS)*, *Principal*

Component Regression (PCR), dan *Support Vector Regression* (SVR). Kadar MSG pada bumbu tabur balado ditetapkan menggunakan metode KLT-Densitometri sebagai metode pembanding. Tujuan dilakukan penelitian ini untuk mengetahui apakah metode NIR-Kemometrik dapat digunakan sebagai metode penetapan kadar MSG pada bumbu tabur balado dan apakah terdapat perbedaan yang signifikan antara kadar MSG yang didapat dari metode NIR-Kemometrik dengan KLT-Densitometri.

Berdasarkan hasil penelitian, model PLS merupakan model kalibrasi terpilih yang memberikan hasil terbaik dengan nilai R^2 kalibrasi sebesar 0,983063; nilai R^2 validasi sebesar 0,9783918; RMSEC sebesar 0,627323; RMSECV sebesar 0,7112128. Model yang telah terbentuk kemudian divalidasi menggunakan metode LOOCV (*Leave One Out Cross Validation*) dan 2-FCV (*2-Fold Cross Validation*). Hasil validasi LOOCV telah memenuhi parameter nilai $R^2 > 0,91$ dan hasil validasi 2-FCV menghasilkan nilai R^2 sebesar 0,9996809.

Model PLS yang telah divalidasi kemudian diaplikasikan pada sampel nyata berupa bumbu tabur balado yang ada di pasaran dengan merek Antaka ®, KingMax ®, MamaQu ®, dan Venus ®. Kadar MSG yang diperoleh dengan metode NIR-Kemometrik pada bumbu tabur balado merek Antaka ® sebesar 9,826%; KingMax ® sebesar 5,615%; MamaQu ® sebesar 1,416%; dan Venus ® sebesar 1,201%. Hasil analisis kemudian dibandingkan dengan kadar MSG yang diperoleh dari metode KLT-Densitometri. Hasil penetapan kadar MSG kedua metode tersebut kemudian dianalisis dengan Uji T Sampel Berpasangan untuk mengetahui ada tidaknya perbedaan yang signifikan dari kedua metode. Hasil analisis menunjukkan bahwa kadar yang diperoleh dari kedua metode tidak memiliki perbedaan yang signifikan karena menghasilkan nilai signifikansi sebesar 0,741 ($>0,05$), sehingga dapat disimpulkan bahwa metode NIR-Kemometrik dapat diaplikasikan sebagai metode penetapan kadar MSG pada bumbu tabur balado yang beredar di pasaran.

PRAKATA

Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Penetapan Kadar Monosodium Glutamat (MSG) pada Bumbu Tabur Balado Menggunakan Metode NIR-Kemometrik”. Skripsi ini disusun guna memenuhi tugas akhir dan salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan Strata Satu (S1) pada Fakultas Farmasi Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan ucapan terima kasih kepada:

1. Allah SWT, atas izin-Nya penulis dapat menyelesaikan tugas akhir untuk mencapai gelar Sarjana Farmasi;
2. Ibu apt. Lestyo Wulandari, S.Si., M.Farm. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Jember, Dosen Pembimbing Akademik, dan juga Dosen Pembimbing Utama yang telah membimbing serta memberikan saran dalam proses pengerjaan skripsi ini;
3. Ibu apt. Indah Purnama Sary, S.Si., M.Farm. selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah memberikan saran dan meluangkan waktu serta pikiran dalam proses penyusunan skripsi ini;
4. Bapak apt. Dwi Koko Pratoko, S.Farm., M.Sc. dan Bapak apt. Ari Satia Nugraha, S.F., GDipSc., MSc-res., PhD. selaku dosen penguji yang telah memberikan kritik, saran, dan perhatiannya dalam penulisan skripsi ini;
5. Keluarga besar Fakultas Farmasi Universitas Jember, yakni bapak dan ibu dosen beserta staf karyawan yang telah memberikan ilmu yang bermanfaat kepada penulis;
6. Kedua orang tua tercinta, Ibu Iswati dan Ayah Sulih Basuki yang tiada henti membimbing dan memberikan dukungan, kasih sayang, beserta doa kepada penulis hingga dapat mencapai titik ini;

7. Untuk kakak Aulia Ayu Candra, Adik Anindya Nailah Putri, dan Adik Muhammad Daffa' Al-Fathan Basuki yang telah memberikan dukungan, kasih sayang, serta doa kepada penulis;
8. Keluarga besar yang telah memberikan pelajaran hidup berharga bagi penulis sehingga menjadi motivasi untuk mencapai titik ini;
9. Teman belajar dan sahabat terbaik Alfian Anggi Darmawan, yang telah membantu dan memberikan dukungan kepada penulis;
10. Sahabat-sahabat baik penulis Hariz Zasi Putri Tejowati, Siti Wulandari, Jihan Fatmalah, dan Khoirun Nisak;
11. *Partner Skripsi* instrumen sekaligus sahabat penulis Jeni Juharsita, Kakak tingkat, dan teman-teman skripsi di laboratorium kimia farmasi yang selalu memberikan keceriaan, dukungan, dan membantu tenaga serta pikiran kepada penulis;
12. Keluarga besar Morfin angkatan 2016 atas kekeluargaan dan kebersamaan selama ini;
13. Teman-teman KKN 287 desa Menampu, Gumukmas, Jember;
14. Serta untuk setiap nama yang tidak tertulis satu persatu dan seluruh doa yang terucap tanpa sepengetahuan penulis.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam proses penyusunan skripsi ini. Oleh karena itu, berbagai kritik dan saran yang membangun dibutuhkan untuk memperbaiki dan menjadikan skripsi ini bermanfaat.

Jember, 14 Mei 2020

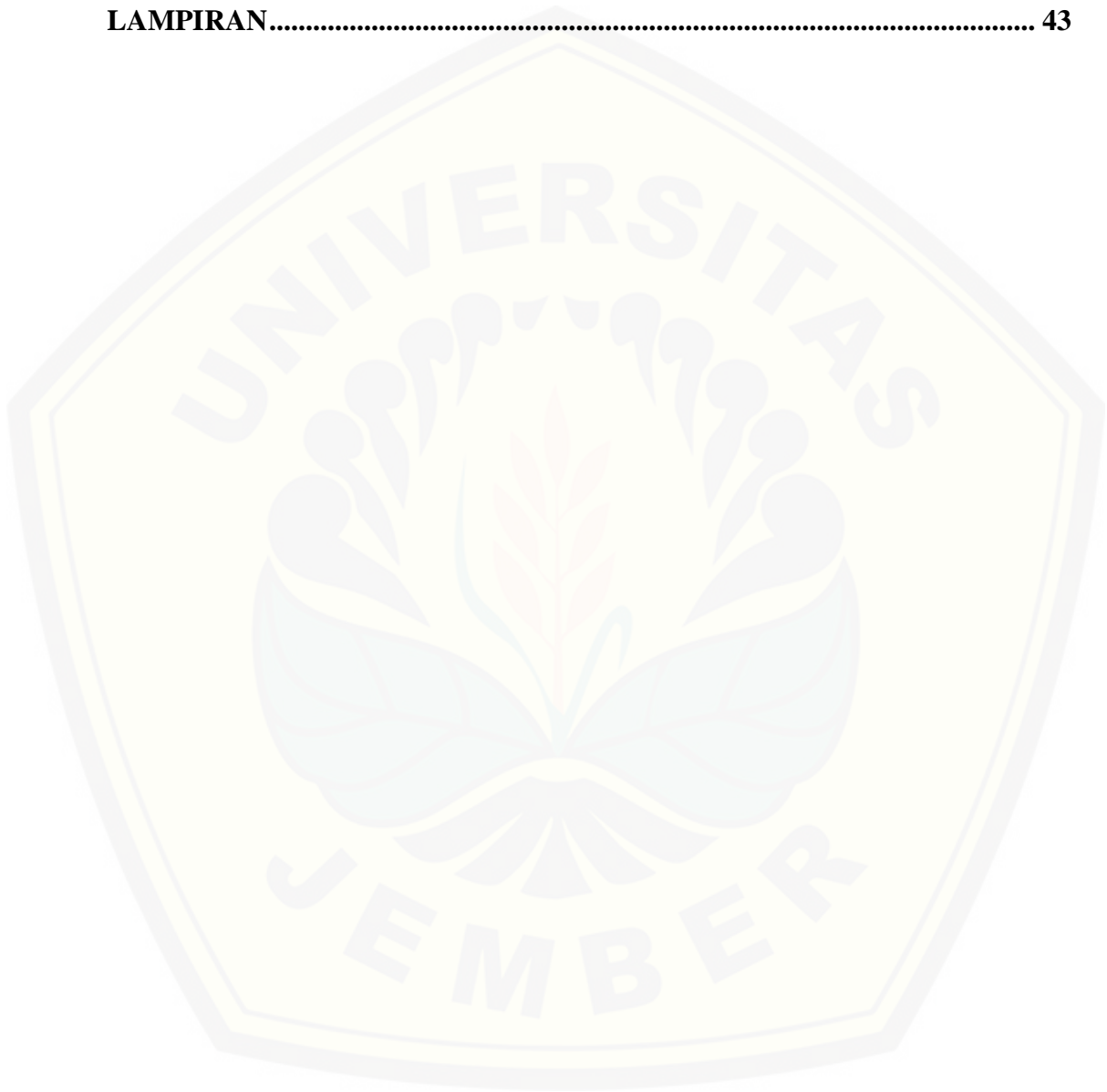
Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN SAMPUL.....	i
HALAMAN JUDUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN.....	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN.....	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI.....	xii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR.....	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1 Bumbu Tabur Balado	5
2.2 Monosodium Glutamat (MSG)	6
2.3 Spektroskopi NIR.....	9
2.4 Kemometrik	11
2.4.1 <i>Partial Least Square (PLS)</i>	12
2.4.2 <i>Principal Component Regression (PCR)</i>	12
2.4.3 <i>Support Vector Regression (SVR)</i>	12
2.5 Validasi Silang	12

2.6	Metode KLT-Densitometri	13
2.7	Reaksi Ninhidrin	14
BAB 3.	METODE PENELITIAN	15
3.1	Jenis Penelitian	15
3.2	Tempat dan Waktu Penelitian	15
3.3	Variabel Penelitian	15
3.3.1	Variabel Bebas	15
3.3.2	Variabel Terikat	15
3.3.3	Variabel Terkendali	15
3.4	Alat dan Bahan Penelitian	16
3.4.1	Alat	16
3.4.2	Bahan	16
3.5	Rancangan Penelitian	16
3.6	Alur Penelitian	18
3.7	Prosedur Penelitian	19
3.7.1	Pengumpulan Sampel	19
3.7.2	Pembuatan Sampel Simulasi	19
3.7.3	Scanning Menggunakan Spektroskopi NIR	20
3.7.4	Pembentukan Model Kalibrasi	20
3.7.5	Validasi Model Kemometrik	21
3.7.6	Penetapan Kadar MSG menggunakan Metode KLT-Densitometri .	21
3.7.7	Aplikasi Sampel Nyata	23
3.7.8	Analisis Data	23
BAB 4.	HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1	Pengumpulan Sampel	24
4.2	Pembuatan Sampel Simulasi Bumbu Tabur Balado	24
4.3	Spektra Sampel Simulasi <i>training set</i> dengan Sampel Nyata	25
4.4	Pembentukan Model Kalibrasi	26
4.5	Validasi Model Kalibrasi	28
4.6	Penetapan Kadar MSG dengan Metode KLT-Densitometri	29
4.7	Penerapan Model Terpilih pada Sampel Nyata	33

BAB 5. PENUTUP	35
5.1 Kesimpulan	35
5.2 Saran	35
DAFTAR PUSTAKA	36
LAMPIRAN	43



DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Rata-rata konsumsi perkapita bumbu-bumbuan.....	8
4.1 Sampel Nyata Bumbu Tabur Balado yang digunakan penelitian	24
4.2 Komposisi bumbu tabur balado	25
4.3 Hasil model kalibrasi sampel <i>training set</i>	27
4.4 Hasil validasi LOOCV model PLS	28
4.5 Hasil penetapan kadar MSG pada sampel nyata di pasaran.....	32
4.6 Hasil penetapan kadar pada metode NIR dan KLT-Densitometri	33

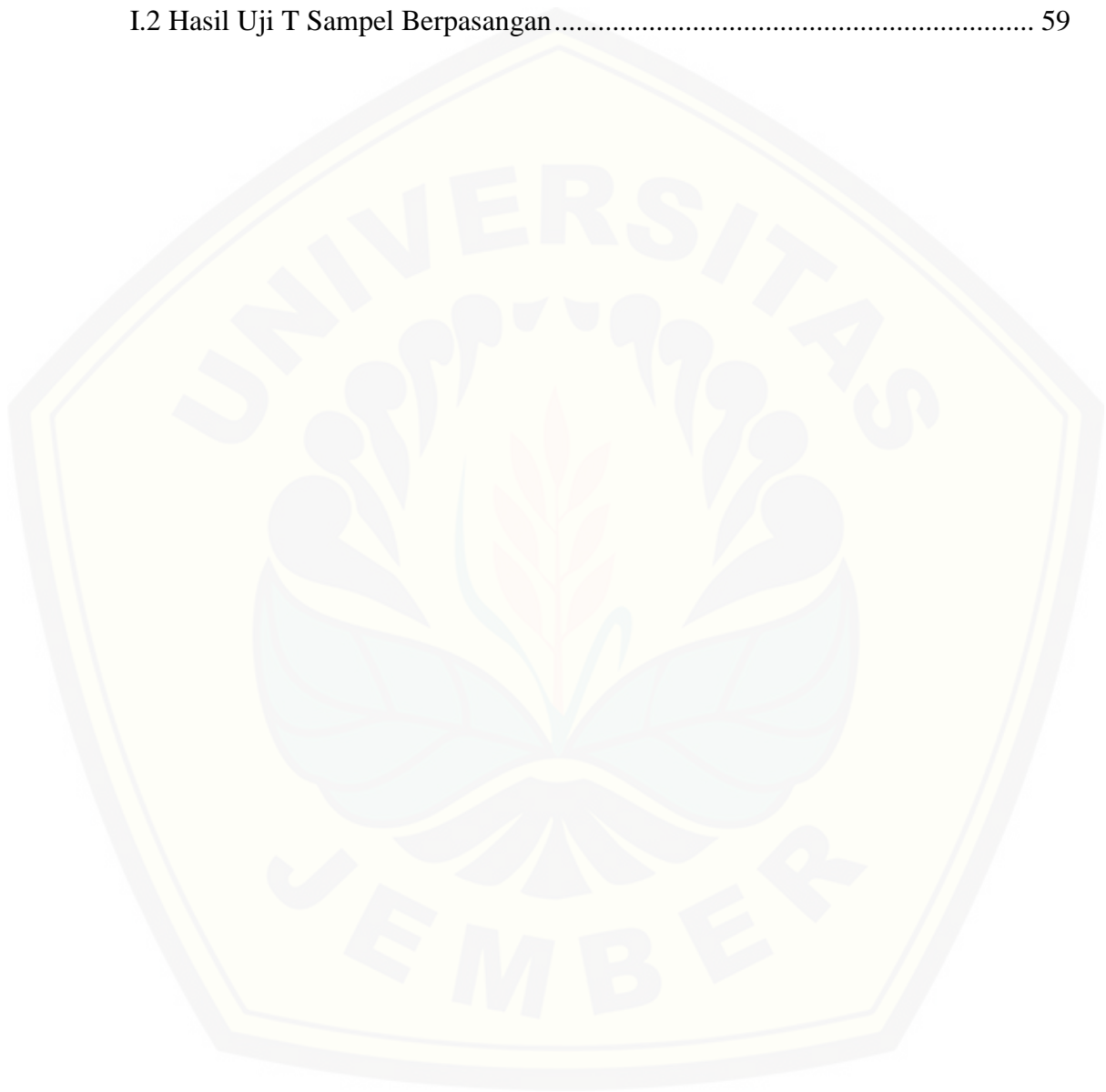
DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Rumus struktur kimia MSG	7
2.2 Prinsip kerja spektroskopi NIR	10
2.3 Daerah gugus fungsi dan panjang gelombang spektroskopi NIR	11
2.4 Reaksi antara asam amino dengan ninhidrin.....	14
3.1 Alur prosedur penelitian.....	18
4.1 Spektra sampel simulasi <i>training set</i> dan sampel nyata.....	25
4.2 Model PLS (a), Model PCR (b), dan Model SVR (c).....	27
4.3 Hasil validasi 2-FCV.....	29
4.4 Kurva kalibrasi standar MSG pada lempeng A (a) dan lempeng B (b)	32

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
LAMPIRAN A. Alat dan Bahan yang Digunakan.....	43
A.1 Bahan-Bahan Sampel Simulasi Bumbu Tabur Balado	43
A.2 Sampel Bumbu Tabur Balado di Pasaran.....	43
A.3 Pembuatan Larutan Ninhidrin 1%	43
A.4 Sampel <i>Training Set</i> dan <i>Test Set</i>	44
A.5 Instrumen.....	45
A.6 Larutan Standar dan Larutan Sampel Nyata	45
A.7 Lempeng KLT Hasil Penotolan.....	45
A.8 Sertifikat Analisis Standar MSG	46
LAMPIRAN B. Spektra Hasil <i>Scanning</i> dengan NIR	47
B.1 Spektrum Standar MSG.....	47
B.2 Spektrum Matriks	47
B.3 Spektrum Gabungan Sampel	47
LAMPIRAN C. Perhitungan Konsentrasi Sampel <i>Training Set</i> dan <i>Test Set</i>	48
LAMPIRAN D. Hasil Analisis Kuantitatif dengan Kemometrik	50
D.1 Model PLS	50
D.2 Model PCR.....	50
D.3 Model SVR.....	50
D.4 Hasil Validasi Model Kalibrasi PLS LOOCV	51
D.5 Hasil Validasi Model Kalibrasi PLS 2-FCV	52
D.6 Hasil Prediksi Sampel Nyata.....	52
LAMPIRAN E. Perhitungan Pembuatan Larutan Induk.....	52
LAMPIRAN F. Pembuatan Eluen	53
LAMPIRAN G. Hasil Penetapan Kadar MSG dengan KLT-Densitometri	54
G.1 Perhitungan Hasil Kadar MSG pada Sampel Lempeng A	54
G.2 Perhitungan Hasil Kadar MSG pada Sampel Lempeng B	56
LAMPIRAN H. Tabel Kemurnian Spektra Sampel dan Standar MSG	58

H.1 Kemurnian Sampel A dan Sampel B.....	58
H.2 Kemurnian Sampel C dan Sampel D.....	59
LAMPIRAN I. Hasil Analisis Uji T Sampel Berpasangan.....	59
I.1 Hasil Uji Normalitas	59
I.2 Hasil Uji T Sampel Berpasangan.....	59



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Seiring dengan perkembangan teknologi yang semakin modern, gaya hidup dan pola pikir masyarakat juga semakin berkembang. Hal ini menyebabkan masyarakat cenderung lebih tertarik dengan segala sesuatu dalam bentuk instan termasuk dalam penggunaan bumbu dapur untuk kebutuhan sehari-hari. Tingginya permintaan produk bumbu instan di pasaran dimanfaatkan oleh produsen untuk menciptakan inovasi baru terkait produk bumbu instan, sehingga saat ini terdapat banyak jenis bumbu instan. Hasil Survei Sosial Ekonomi Nasional (SUSENAS) tahun 2018, Badan Pusat Statistik (BPS) melaporkan bahwa rata-rata pertumbuhan konsumsi bumbu masak kemasan pada Statistik Konsumsi Pangan mengalami peningkatan dari tahun 2014 hingga 2018 sebesar 1,63% (Badan Pusat Statistik, 2018). Salah satu jenis bumbu instan yang paling diminati masyarakat yaitu bumbu tabur.

Bumbu tabur (*seasoning powder*) merupakan bumbu instan yang digunakan untuk memberikan rasa gurih dan lezat pada makanan (Hambali, 2008). Terdapat beberapa varian rasa bumbu tabur seperti keju, jagung bakar, *barbeque*, dan balado. Penelitian ini lebih difokuskan pada bumbu tabur rasa balado karena lebih banyak dijumpai pada berbagai olahan makanan di Indonesia. Rasa balado diadaptasi dari makanan khas Minangkabau yang identik dengan hidangan bumbu cabai merah dengan rasa pedas, yang sering dikonsumsi oleh masyarakat Indonesia (Indriani, 2010).

Bumbu tabur balado mengandung komposisi monosodium glutamat (MSG). MSG merupakan garam monosodium alami berbentuk asam L-glutamat, yang banyak digunakan sebagai penyedap rasa pada makanan (Rowe dkk., 2009). Hasil Riset Kesehatan Dasar tahun 2018 melaporkan bahwa MSG dikonsumsi oleh masyarakat sekitar 77,6% dari total penduduk Indonesia (Riskesdas, 2018). Aturan penggunaan MSG lebih spesifik diberlakukan di Uni-Eropa dengan batas maksimal penggunaan sebesar 10 gram/kg makanan (European Parliament and

Council of the European Union, 2008). Berdasarkan *Food and Drug Administration* (FDA) dan *Federation of American Societies for Experimental Biology* (FASEB) rekomendasi kadar penggunaan MSG sebesar 0,1%-0,8% atau setara dengan 1–8 gram/kg makanan, baik tanpa penambahan penyedap rasa lain ataupun dengan dikombinasikan dengan penyedap rasa lainnya (Maluly dkk., 2017), namun dikarenakan tidak terteranya kadar MSG pada label kemasan produk bumbu instan dan juga dengan tidak adanya batasan spesifik pengonsumsi MSG dari BPOM, menyebabkan konsumen cenderung mengonsumsi MSG secara berlebihan (Septadina, 2011). Hal ini didasarkan pada PerKB POM No.11 tahun 2019 tentang bahan tambahan pangan (BTP), MSG sebagai penyedap rasa dikategorikan sebagai *Accepted Daily Intake (ADI) not specified* yang berarti MSG tidak memiliki batas spesifik dalam penggunaannya.

Konsumsi MSG dengan kadar tinggi secara terus menerus dapat menyebabkan akumulasi MSG dalam tubuh dan berefek toksik (Ardyanto, 2004). FASEB melaporkan bahwa konsumsi MSG secara berlebihan pada sebagian orang dapat menyebabkan terjadinya *MSG Symptom Complex* ditandai dengan munculnya beberapa gejala seperti nyeri dada, rasa terbakar di belakang leher, lengan, dada, sakit kepala, muntah, denyut jantung cepat, dan pusing. Gejala ini timbul satu jam setelah mengonsumsi MSG sebanyak ≥ 3 gram dalam keadaan perut kosong (FASEB, 1995). Beberapa penelitian juga melaporkan bahwa efek toksik dari konsumsi MSG dalam kadar tinggi dapat memengaruhi fungsi organ tertentu misalnya kerusakan organ hati (Farombi dan Onyema, 2006), terganggunya perkembangan embrio (Sabri dkk., 2006), kerusakan ginjal (Tawfik dan Al-Badr, 2012), beberapa perubahan patologis pada otak yang berkaitan dengan rusaknya hipotalamus, dan disfungsi reproduksi (Edward, 2010).

Metode penetapan MSG yang pernah dilakukan sebelumnya antara lain Kromatografi Lapis Tipis (KLT) (Veni dkk., 2010), *fluorescence detection*, dan HPLC (Williams dan Winfield, 1982). Metode-metode tersebut memiliki beberapa kelemahan di antaranya relatif mahal dan waktu pengerjaannya lama, sehingga dalam penelitian ini dipilih metode spektroskopi NIR (*Near Infrared*). Metode spektroskopi NIR memiliki kelebihan diantaranya bersifat non destruktif,

preparasi sampel relatif sederhana, dapat menganalisis dengan cepat, tidak membutuhkan reagen kimia, dan tidak menimbulkan polusi (Schwanninger dkk., 2011). Penggunaan metode NIR dalam penelitian ini dikombinasikan dengan metode statistik multivariat kemometrik karena data spektra yang dihasilkan dari metode NIR saling tumpang tindih (Purwanto dan Budiastra, 2015).

Berdasarkan latar belakang di atas, maka dilakukan penelitian penetapan kadar monosodium glutamat (MSG) pada bumbu tabur balado menggunakan metode NIR-Kemometrik.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang yang dijelaskan, maka didapatkan rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu sebagai berikut :

1. Apakah metode NIR-Kemometrik dapat diaplikasikan untuk menetapkan kadar MSG pada bumbu tabur balado?
2. Apakah terdapat perbedaan signifikan pada kadar MSG bumbu tabur balado yang dianalisis dengan menggunakan metode NIR-Kemometrik dan metode KLT-Densitometri?

1.3 Tujuan Penelitian

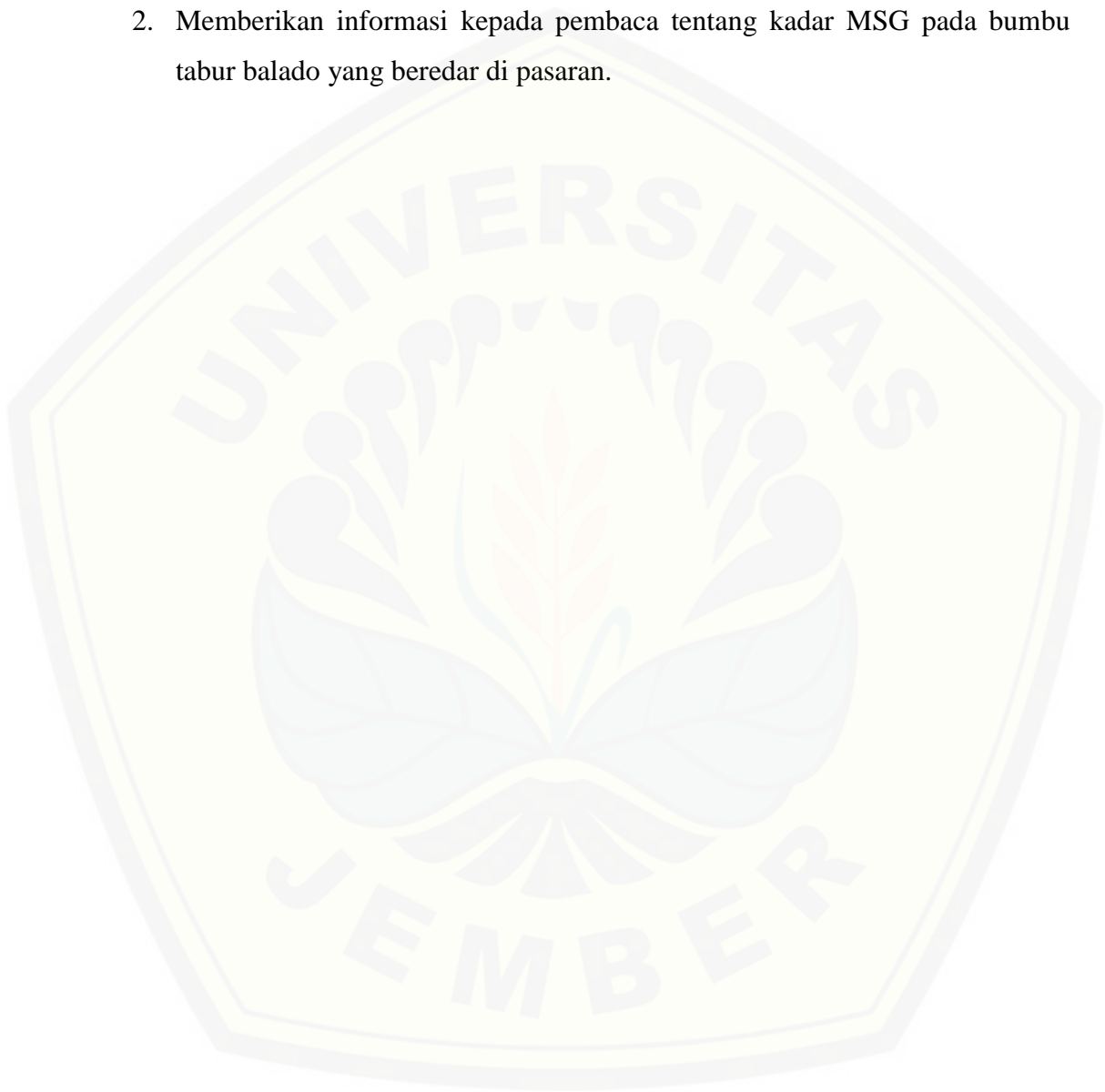
Berdasarkan rumusan masalah di atas, maka tujuan penelitian ini adalah:

1. Mengetahui apakah metode NIR-Kemometrik dapat digunakan untuk menetapkan kadar MSG pada bumbu tabur balado.
2. Mengetahui apakah terdapat perbedaan yang signifikan antara kadar MSG pada bumbu tabur balado dengan menggunakan metode NIR-kemometrik dan metode KLT-Densitometri.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini antara lain:

1. Memberikan informasi tentang metode analisis yang sederhana, cepat, dan mudah untuk menetapkan kadar MSG pada bumbu tabur balado.
2. Memberikan informasi kepada pembaca tentang kadar MSG pada bumbu tabur balado yang beredar di pasaran.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Bumbu Tabur Balado

Bumbu merupakan bahan yang mengandung rempah-rempah seperti asam, kunyit, jahe, merica yang digunakan sebagai penyedap makanan. Kandungan rempah-rempah secara alami terdiri dari berbagai macam komponen aktif misalnya zat antioksidan, antibakteri, antikapang, antiseptik, antikanker, dan lainnya (Astawan, 2009).

Bumbu tabur balado (*seasoning powder*) merupakan salah satu bumbu instan dengan rasa balado yang berfungsi memberikan rasa gurih atau *umami* pada makanan (Hartati, 2001). Balado merupakan kuliner khas Minangkabau yang identik dengan hidangan bumbu cabai merah dengan rasa pedas. Bumbu tabur balado dapat dijadikan pelengkap pada aneka olahan makanan misalnya pada masakan rumahan ataupun *snack* (Indriani, 2010).

Komposisi bahan yang digunakan dalam pembuatan bumbu tabur balado, antara lain:

a. Cabai merah bubuk

Capsaicin ($C_{18}H_{27}NO_3$) adalah senyawa amida dari vanililamin dengan asam lemak rantai bercabang, yang merupakan kandungan utama penyebab rasa pedas pada cabai. Kandungan lain dari cabai merah yaitu likopen, dimana likopen merupakan anggota pigmen karotenoid yang menyebabkan warna merah cabai sangat mencolok (Hidayat, 2012). Karotenoid merupakan kelompok pigmen berwarna kuning, oranye, dan merah yang terdapat pada cabai merah (Winarno, 2004).

b. Garam

Garam terdiri dari natrium klorida (NaCl) sebanyak 95% dengan pengotor kalsium sulfat ($CaSO_4$), magnesium sulfat ($MgSO_4$), magnesium klorida ($MgCl_2$) dan lain-lain (Sutrisnanto, 2001). Garam memiliki sifat higroskopis, titik lebur suhu $801^{\circ}C$, dan *density* (tingkat kepadatan) sebesar 0,8-0,9 (Supriyo, 2002).

Garam digunakan sebagai komponen penting dalam makanan, zat pengawet, dan bahan baku keramik (Mulyono, 2009).

c. Lada

Lada merupakan tumbuhan merambat yang hidup pada iklim tropis. Biji lada sering dimanfaatkan sebagai bumbu masakan dan kaya akan kandungan kimia seperti minyak lada, minyak lemak, resin, piperin, alkaloid, dan pati (Purseglove dkk., 1981).

d. Gula Pasir

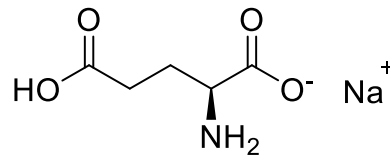
Gula atau sukrosa ($C_{22}H_{22}O_{11}$) merupakan suatu karbohidrat sederhana karena dapat larut dalam air dan langsung diserap tubuh untuk menghasilkan energi. Gula berasal dari cairan sari tebu yang mengalami proses kristalisasi. Sukrosa termasuk senyawa disakarida yang terdiri dari komponen D-glukosa dan D-fruktosa (Darwin, 2013).

e. Bawang Putih Bubuk

Bawang putih merupakan komponen penting dalam masakan karena memiliki rasa dan aroma khas sehingga dapat memperlezat masakan. Bawang putih mengandung lebih dari 100 metabolit sekunder seperti allisin, adenosin, flavonoid, saponin, tuberholosida, dan scordinin (Pritacindy, 2013). Allisin merupakan senyawa organosulfur yang paling banyak terdapat dalam bawang putih (Moulia dkk., 2018).

2.2 Monosodium Glutamat (MSG)

Monosodium glutamat (MSG) adalah garam natrium dari asam glutamat yang berbentuk asam L-glutamat. Asam glutamat termasuk asam amino non essensial yang bisa diproduksi sendiri oleh tubuh. Kandungan unsur utama dalam MSG adalah glutamat (78,2%), natrium (12,2%), dan H_2O (9,6%). MSG memiliki karakteristik berupa kristal putih yang mudah larut dalam air, praktis tidak berbau, dan memiliki rasa seperti daging. MSG juga dikenal dengan nama E621, vetsin, mononatrium glutamat, atau potasium glutamat (Rowe dkk., 2009). Rumus struktur kimia untuk MSG dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Rumus struktur kimia MSG (Rowe dkk., 2009)

MSG pertama kali ditemukan di Jepang (1908) oleh Profesor Kikunae Ikeda dengan melakukan isolasi asam glutamat dari rumput laut yang dikenal dengan nama *kombu* (masakan jepang). Profesor Ikeda menemukan rasa lezat pada *kombu* yang berasal dari ion glutamat. Rasa lezat yang didapat berbeda dengan rasa yang pernah dikenalnya sehingga Profesor Ikeda menyebutnya *umami*. Asam L-glutamat dan 5-ribonukleotida merupakan sumber rasa *umami* yang bekerja pada membran sel reseptor lidah. Adanya kombinasi rasa khas dari efek sinergis kedua komponen ini menyebabkan rasa *umami* dapat bertahan lama (Wakidi, 2012).

MSG dapat diperoleh dari fermentasi sumber karbohidrat seperti *mollasses* (tetes gula) atau dari hidrolisis gluten jagung dan gandum. Bakteri *brevibacterium*, *arthobacter*, *microbacterium*, atau *corynebacterium* merupakan bakteri yang berperan dalam proses fermentasi MSG. Bakteri ini dibiakkan terlebih dahulu sebelum dilakukan proses fermentasi melalui media padat yang disebut *mameno* dengan cara hidrolisis enzimatik protein kedelai kemudian bakteri dipindahkan ke media cair yang tidak mengandung *mameno* dan akan berkembang biak secara cepat. Komponen yang dihasilkan dari proses fermentasi ini adalah asam glutamat yang kemudian ditambahkan dengan soda (*sodium carbonate*) membentuk MSG, selanjutnya dilakukan pemurnian dan kristalisasi untuk menghasilkan serbu kristal murni yang siap dijual (Kurtanty dkk., 2018).

Jumlah konsumsi MSG mencapai 200.000 ton di seluruh dunia (Winarno, 2004). Berdasarkan Riset Kesehatan Dasar tahun 2018, MSG dikonsumsi sekitar 77,6% dari total jumlah penduduk Indonesia (Risikesdas, 2018). Hasil Survei Sosial Ekonomi Nasional (SUSENAS), Badan Pusat Statistik (BPS) juga melaporkan bahwa rata-rata pertumbuhan konsumsi MSG pada Statistik Konsumsi Pangan mengalami peningkatan dari tahun 2014 hingga 2018 (Badan pusat statistik, 2018). Hal ini menunjukkan masih tingginya angka pengonsumsi

MSG di Indonesia. Rata-rata konsumsi perkapita bumbu-bumbuan tahun 2014-2018 dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Rata-rata konsumsi perkapita bumbu-bumbuan (Badan Pusat Statistik, 2018)

Jenis makanan/ <i>Food items</i>	Satuan/ <i>Unit</i>	Tahun / <i>Year</i>					Rata-rata pertumbuh- an/ <i>Growht</i> average 2014-2018 (%)
		2014	2015	2016	2017	2018	
Garam / <i>Salt</i>	Ons	14,01	11,36	11,92	11,87	11,96	-1,50
Kemiri / <i>Candlenut</i>	Ons	2,71	1,95	2,22	2,68	2,39	-5,56
Ketumbar / <i>Coriander</i>	Ons	1,96	1,26	1,40	1,79	1,58	-4,46
Merica/lada / Pepper	Ons	1,32	0,86	0,93	1,02	0,95	-5,93
Asam / <i>Tamarind</i>	Ons	3,67	2,33	2,44	2,88	2,58	-11,02
Biji Pala / <i>Nutmeg</i>	Ons	0,10	-	-	-	-	-
Cengkeh / <i>Clove</i>	Ons	0,05	-	-	-	-	-
Terasi/petis / <i>Fish</i> <i>paste</i>	Ons	3,68	1,90	2,04	2,32	2,00	-14,96
Kecap / <i>Soya</i> <i>sauce</i>	140 mL	4,82	8,50	9,33	8,95	8,31	4,44
Penyedap masakan/ <i>vetsin</i> / <i>Monosodium</i> <i>glutamat</i>	Grams	206,52	301,33	339,87	340,69	366,04	648,53
Sambal jadi/saus tomat / <i>Chili</i> <i>sauce/tomato</i> <i>sauce</i>	140 mL	0,75	-	-	-	2,00	-
Bumbu masak jadi/kemas / <i>Spice</i>	Ons	2,59	1,39	1,57	1,65	2,00	1,63
Bumbu dapur lainnya / <i>Other</i> <i>spice</i>	-	9,69	5,44	5,90	5,28	6,23	23,08

Konsumsi MSG dengan kadar tinggi dapat menimbulkan efek toksik dalam tubuh. Hal ini terbukti dari adanya beberapa penelitian pada uji hewan coba dengan pemberian MSG dosis tertentu. Beberapa penelitian mengenai efek toksik MSG pada tubuh diantaranya:

a. Efek MSG terhadap Fungsi Reproduksi

Penggunaan MSG dalam kadar tinggi dapat menyebabkan terjadinya peningkatan jumlah glutamat dalam plasma darah dan peningkatan metabolisme sel, hal ini memicu timbulnya *reactive oxygen species* (ROS). Adanya peningkatan ROS akan menimbulkan *stress oksidatif* yang mengakibatkan

kerusakan sel pada organ tubuh yang memiliki reseptor glutamat seperti hipotalamus dan organ reproduksi. Rusaknya hipotalamus menyebabkan gangguan hipofisis anterior dalam mensekresi hormon FSH dan LH (Macharina, 2011).

Penelitian Edward (2010) dilakukan pada tikus jantan dengan pemberian MSG dosis 4.800 mg/kg BB, 7.200 mg/kg BB, dan 9.600 mg/kg BB secara peroral selama 20 hari dapat menyebabkan penurunan kadar FSH dan LH (Edward, 2010). Penurunan kadar ini berkaitan dengan kerusakan pada hipotalamus setelah pemberian MSG. Hal ini terjadi karena kerusakan pada neuron yang mensekresikan GnRH yang akhirnya berdampak terhadap kerja hipofisis anterior dalam memproduksi hormon FSH dan LH. Dampak dari penurunan kadar FSH dan LH akan mengubah struktur histologi testis dengan menurunnya sel spermatid (Sukawan, 2008).

b. Efek MSG terhadap Organ Hati

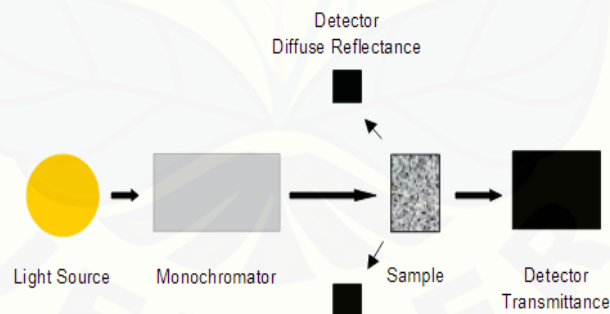
Organ hati merupakan organ yang terlibat dalam detoksifikasi dan metabolisme dalam tubuh sehingga organ hati dapat langsung terkena racun dari bahan kimia atau metabolitnya (Corwin, 2001). Sebuah penelitian melaporkan bahwa pemberian MSG (4 mg/g BB) pada tikus selama 10 hari berturut-turut menyebabkan gejala kerusakan hati. Terjadi peningkatan peroksidasi lipid dan enzim glutathione transferase di hati secara signifikan. MSG juga dapat meningkatkan aktivitas serum *alanine aminotransferase* (ALT), *aspartate aminotransferase* (AST), dan *γ-glutamyltransferase* (GGT) (Farombi dan Onyema, 2006). Tawfik dan Al-Badr (2012) juga melaporkan bahwa pemberian MSG (0,6 mg/g BB dan 1,6 mg/g BB) selama 14 hari pada tikus menyebabkan peningkatan berat badan yang signifikan bersamaan dengan peningkatan berat hati, ginjal, dan peningkatan serum ALT dan GGT (Tawfik dan Al-Badr, 2012).

2.3 Spektroskopi NIR

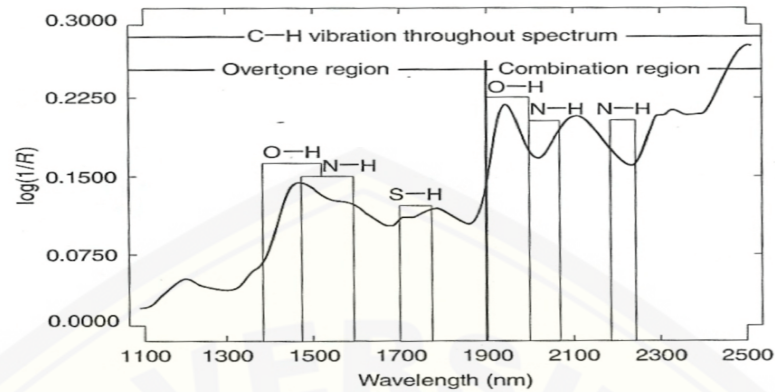
Metode spektroskopi NIR (*Near Infra Red*) adalah metode analisis yang memanfaatkan spektrum gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang

di atas daerah sinar tampak yaitu pada 780 nm–2.500 nm atau jumlah gelombang per cm 12.800 cm^{-1} hingga 4.000 cm^{-1} . Metode NIR dikembangkan sebagai salah satu metode dengan sifat non destruktif, dapat menganalisis kandungan kimia bahan dengan cepat, persiapan sampel relatif sederhana, jumlah sampel sedikit, dan tidak menimbulkan polusi (Schwanninger dkk., 2011).

Instrumen dari spektroskopi NIR yaitu sumber cahaya, monokromator, tempat sampel, dan detektor (Reich, 2005). Prinsip kerja NIR adalah penyerapan radiasi gelombang inframerah yang berinteraksi dengan sampel yang kemudian akan diserap, ditransmisikan, atau dipantulkan oleh molekul penyusun bahan yang menyebabkan vibrasi pada ikatan tunggalnya sehingga terjadi kenaikan pita penyerapan sesuai kombinasi gugus fungsi, selanjutnya spektra NIR akan membaca senyawa organik maupun anorganik kimia yang memiliki perbedaan pola serapan satu sama lain pada setiap panjang gelombang IR yang diberikan (Karlinsari, 2012). Prinsip kerja spektroskopi NIR dapat dilihat pada Gambar 2.2, sedangkan panjang gelombang tiap-tiap gugus fungsi kimia spektroskopi NIR dapat dilihat pada Gambar 2.3.



Gambar 2.2 Prinsip kerja spektroskopi NIR (Reich, 2005)



Gambar 2.3 Daerah gugus fungsi dan panjang gelombang spektroskopi NIR (Burns dan Ciurczak, 2007)

2.4 Kemometrik

Kemometrik merupakan metode statistik multivariat yang menerapkan teknik matematika dan statistik dalam memproses, mengevaluasi, dan menginterpretasi sejumlah data dari analisis kimia. Kemometrik juga berperan penting dalam analisis spektra dan membentuk prosedur eksperimen yang optimal. Metode statistik multivariat kemometrik digunakan untuk mengatasi permasalahan pengolahan data percobaan serta mampu mengolah kompleksitas data dari hasil instrumen NIR (Balabin dkk., 2010).

Analisis yang digunakan dalam kemometrik adalah analisis multivariat. Dalam metode analisis multivariat terdapat perangkat lunak statistik *The Unscrambler* dapat digunakan dalam membantu mengolah data analisis serta membentuk desain eksperimen. *The Unscrambler* dapat mengklasifikasikan sampel yang belum diketahui dalam kategori tertentu, mengkalibrasi, dan menginterpretasi data (Miller dan Miller, 2005). *Partial Least Square* (PLS), *Principal Component Regression* (PCR), dan *Support Vector Regression* (SVR) merupakan salah satu analisis kuantitatif pada metode multivariat kemometrik (Roggo dkk., 2007).

2.4.1 *Partial Least Square (PLS)*

PLS merupakan metode kalibrasi multivariat yang digunakan dalam memperkirakan variabel tidak bebas dari variabel bebas prediktor dengan jumlah banyak, memiliki struktur sistematis linier atau non linier dengan atau tanpa data yang hilang, serta memiliki kolinearitas yang tinggi. Prinsip kerja PLS yaitu dengan mencari faktor-faktor yang paling relevan dalam memprediksi dan menginterpretasi data. PLS paling umum digunakan karena kualitas model kalibrasi yang dihasilkan bagus dan kemudahan dalam penerapannya (Ruby-figueroa dkk., 2019).

2.4.2 *Principal Component Regression (PCR)*

PCR merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk mengatasi masalah multikolinier. Secara prinsip, PCR hampir sama dengan PLS, namun perbedaannya terdapat pada penentuan komponen utama atau *principal component* (PC). Penentuan komponen utama pada PCR didasarkan pada variasi maksimum data spektrum (Miller dan Miller, 2005).

2.4.3 *Support Vector Regression (SVR)*

SVR merupakan suatu metode kalibrasi berdasarkan perhitungan fungsi regresi linier dalam ruang dimensi tinggi dimana input data dipetakan melalui fungsi non linier. SVR telah diterapkan pada pendekatan teknik analisis kompleks serta di bidang keuangan (Basak dkk., 2012).

2.5 **Validasi Silang**

Metode validasi silang atau *cross validation* didefinisikan sebagai suatu metode yang digunakan untuk validitas model regresi dengan menggunakan data uji di luar data yang digunakan dalam penetapan regresi (Pranowo dkk., 2007).

a. *Leave One Out Cross Validation (LOOCV)*

Leave one out cross validation artinya meninggalkan satu untuk validasi silang. LOOCV melibatkan sampel pengamatan tunggal dari sampel asli yang digunakan sebagai validasi data serta sampel pengamatan yang tersisa digunakan sebagai *training set*. Hal ini dilakukan berulang pada setiap sampel yang digunakan sekaligus sebagai data validasi. LOOCV akan menjadi sama dengan *k-fold*, bila jumlah *k*-lipatannya sama dengan jumlah sampel asli pengamatan (Hawkins dkk., 2003).

b. *2-Fold Cross Validation (2-FCV)*

Metode validasi 2-FCV merupakan metode validasi yang dilakukan dengan membagi data sampel menjadi dua bagian yaitu *training set* untuk membuat model dan bagian yang lain untuk *test set* yang digunakan memvalidasi model yang telah terbentuk (Raschka, 2018).

2.6 Metode KLT-Densitometri

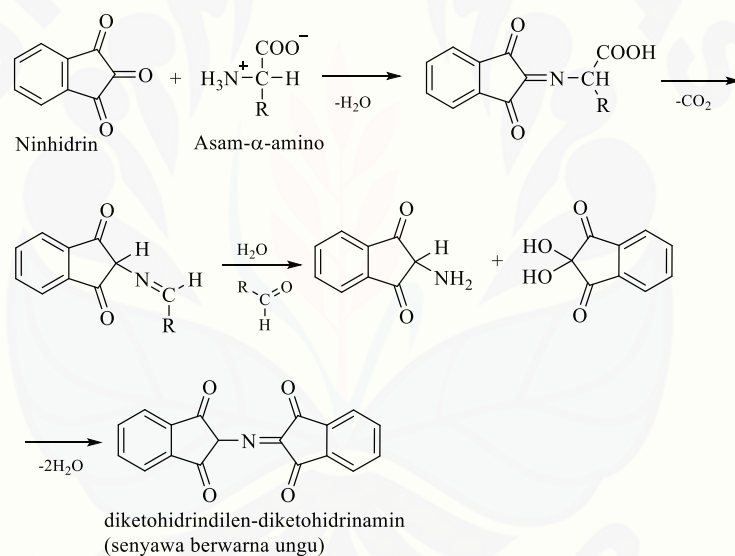
Analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT) merupakan metode pemisahan komponen kimia berdasarkan prinsip adsorpsi dan partisi yang ditentukan oleh fase diam (adsorben) dan fase gerak (eluen). Komponen kimia bergerak naik mengikuti fase gerak karena daya serap adsorben terhadap komponen-komponen kimia tidak sama sehingga komponen kimia dapat bergerak dengan jarak yang berbeda berdasarkan tingkat kepolarannya (Alen dkk., 2017).

Metode analisis perbandingan yang digunakan pada penetapan kadar MSG ini adalah metode KLT-Densitometri dengan kondisi analisis optimum menurut penelitian Veni dkk (2010) yang telah dimodifikasi menggunakan panjang gelombang 485 nm, pelarut berupa akuades steril dan metanol, fase gerak yang digunakan kloroform : metanol : asam formiat (4:6:1), fase diam silica gel 60 F₂₅₄. Pemilihan KLT-Densitometri sebagai metode perbandingan karena metode ini dapat menghasilkan pemisahan senyawa yang efisien, selektif, dan hasil analisis kuantitatif yang didapat juga akurat (Wulandari, 2011).

2.7 Reaksi Ninhidrin

Ninhidrin merupakan pereaksi pendeteksi di KLT yang digunakan untuk visualisasi asam amino, peptida, amina, dan gula amino. bercak noda yang dihasilkan memiliki warna yang bervariasi tergantung pada sorben lempeng dan pH, dari kuning, coklat menjadi merah muda, dan ungu (Wulandari, 2010).

Prinsip dari reaksi ini adalah semua asam amino bereaksi dengan ninhidrin untuk membentuk aldehida yang lebih kecil dengan membebaskan CO₂, ammonia, dan dihasilkan warna ungu yang disebut dengan ungu Ruhemann karena ditemukan oleh Siegfried Ruhemann tahun 1910. Reaksi asam amino dengan ninhidrin dapat dilihat pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Reaksi antara asam amino dengan ninhidrin (Rohman dkk., 2017)

BAB 3. METODE PENELITIAN

3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian yang digunakan untuk penetapan kadar MSG pada bumbu tabur balado menggunakan metode NIR-Kemometrik ini yaitu *true experimental laboratories*.

3.2 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan di Laboratorium Bagian Kimia Analisis dan Instrumen Fakultas Farmasi Universitas Jember yang dimulai pada bulan Oktober 2019 hingga April 2020.

3.3 Variabel Penelitian

3.3.1 Variabel Bebas

Variabel bebas dari penelitian ini adalah konsentrasi MSG yang digunakan.

3.3.2 Variabel Terikat

Variabel terikat dari penelitian ini adalah kadar MSG bumbu tabur balado.

3.3.3 Variabel Terkendali

Variabel terkendali dari penelitian ini adalah metode spektroskopi NIR-Kemometrik, metode KLT-Densitometri, dan preparasi sampel.

3.4 Alat dan Bahan Penelitian

3.4.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian adalah perangkat NIR (Brimrose corporation luminar 3070), perangkat lunak *Brimrose*, perangkat lunak *The Unscrambler X 10.2* (Camo), neraca analitik, plastik klip, mortir dan stamper, densitometer camag, perangkat lunak winCATS, SPSS versi 22, ultrasonikator, *chamber*, *ball filler*, pipa kapiler, pinset, labu ukur, vial, erlenmeyer, gelas ukur, pipet volume, sendok, penggaris, pensil, dan alat-alat gelas lainnya.

3.4.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel simulasi bumbu tabur balado (cabai merah bubuk, lada bubuk, bawang putih bubuk, gula pasir, garam), sampel nyata bumbu tabur balado di pasaran, akuades steril, kloroform, metanol, asam formiat, kertas saring, standar MSG, lempeng kromatografi lapis tipis (KLT), ninhidrin, dan aseton.

3.5 Rancangan Penelitian

3.5.1 Definisi Operasional

1. Bumbu tabur balado adalah suatu produk bahan makanan yang di dalamnya terdapat campuran cabai merah bubuk, bumbu-bumbuan dengan atau tanpa bahan tambahan yang diizinkan;
2. Sampel simulasi adalah bumbu tabur balado dengan konsentrasi tertentu yang dibuat oleh peneliti.

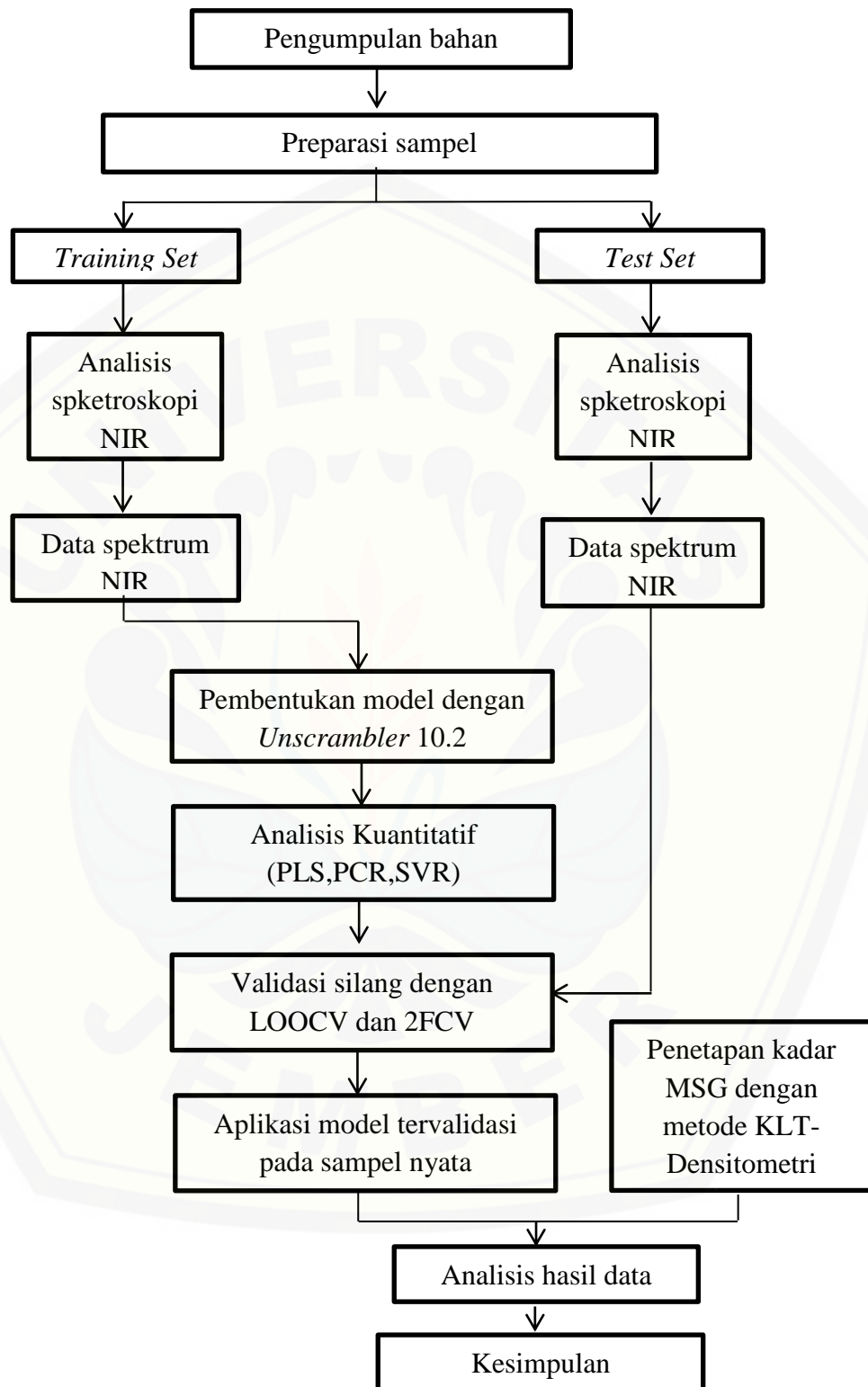
3.5.2 Rancangan Percobaan

Prosedur pertama yang dilakukan yaitu pengumpulan komposisi bahan sampel bumbu tabur balado (cabai merah bubuk, lada bubuk, bawang putih bubuk, garam, gula pasir), dan standar MSG yang dilengkapi sertifikat analisis di

industri tertentu, serta sampel bumbu tabur balado bermerek yang beredar di pasar tradisional Jember kemudian dilakukan pembuatan sampel simulasi *training set* dan *test set*.

Sampel *training set* dan *test set* yang telah dibuat *discanning* menggunakan instrumen NIR sehingga dihasilkan data spektrum. Langkah selanjutnya yaitu pembentukan model kalibrasi dengan metode kemometrik PLS, PCR, dan SVR menggunakan perangkat lunak *The Unscramble X 10.2* dari sampel simulasi *training set* dan dievaluasi menggunakan sampel simulasi *test set*. Model yang terbentuk divalidasi dengan metode LOOCV dan 2-FCV kemudian dilakukan preparasi sampel untuk menetapkan kadar MSG dengan metode KLT-Densitometri. Model validasi terpilih akan digunakan untuk menetapkan kadar MSG pada sampel bumbu tabur balado yang beredar di pasaran serta dilakukan perbandingan data kadar MSG menggunakan metode KLT-Densitometri.

3.6 Alur Penelitian



Gambar 3.1 Alur prosedur penelitian

3.7 Prosedur Penelitian

3.7.1 Pengumpulan Sampel

Pengumpulan komposisi bahan dari sampel simulasi bumbu tabur balado (cabai merah bubuk, lada bubuk, bawang putih bubuk, garam, gula pasir) dan sampel nyata bumbu tabur balado didapatkan di minimarket dan pasar tradisional daerah Jember. Standar MSG kemurnian 99,46% yang dilengkapi sertifikat analisis diperoleh dari industri PT.SASA.

3.7.2 Pembuatan Sampel Simulasi

Pembuatan sampel simulasi yaitu dari campuran cabai merah bubuk, bawang putih bubuk, lada bubuk, garam, dan gula pasir dilakukan dengan cara menimbang masing-masing komposisi bahan sejumlah tertentu kemudian dicampur dengan menggunakan mortir sampai homogen.

Sampel simulasi yang telah dibuat kemudian ditambahkan MSG dengan tiap konsentrasi yang berbeda-beda. Sebelumnya MSG ditimbang terlebih dahulu sesuai konsentrasi yang diinginkan pada setiap sampel. Pencampuran MSG pada sampel simulasi dilakukan di mortir dengan ditambahkan sedikit demi sedikit agar semua bahan tercampur homogen. Apabila semua bahan telah homogen, maka sampel siap untuk *discanning* menggunakan instrumen NIR. Sampel simulasi dikelompokkan menjadi dua yaitu:

a. *Training set*

Suatu sampel yang dapat membentuk model klasifikasi kemometrik dengan pengkategorian yang telah diketahui (Berrueta dan Alonso-salces, 2007). Sampel *training set* pada penelitian ini yaitu 36 sampel simulasi dengan konsentrasi MSG 0%; 0,05%; 0,1%; 0,2%; 0,3%; 0,4%; 0,5%; 0,6%; 0,7%; 0,8%; 0,9%; 1%; 1,5%; 2%; 2,5%; 3%; 3,5%; 4%; 4,75%; 5%; 5,5%; 6%; 6,75%; 7%; 7,5%; 8%; 8,75%; 9%; 9,5%; 10%; 11%; 12%; 13%; 14%; 15%; dan 16%.

b. *Test set*

Suatu sampel untuk mengevaluasi realibilitas model yang telah dibentuk oleh *training set* dengan pengkategorian yang telah diketahui (Berrueta dan Alonso-salces, 2007). Sampel *test set* pada penelitian ini yaitu 12 sampel simulasi dengan konsentrasi MSG 0,15%; 0,35%; 0,55%; 0,95%; 1,75%; 4,5%; 6,5%; 7,75%; 8,5%; 10,5%; 12,5%; dan 14,5%.

3.7.3 *Scanning* Menggunakan Spektroskopi NIR

Instrumen yang digunakan untuk *scanning* sampel yaitu instrumen NIR *Luminar 3070*. Instrumen dinyalakan dengan cara menekan tombol power dan ditunggu selama 30 menit (*warming up*), kemudian dibuka perangkat lunak *Brimrose* pada komputer. Selanjutnya sampel simulasi diletakkan pada plat sampel sambil ditekan perlahan agar permukaannya merata. Lakukan setting alat sesuai dengan buku petunjuk dan cek intensitas spektra hingga sinyal yang terbaca bagus (40.000-50.000). Apabila sinyal di luar rentang, maka rapikan peletakan sampel pada plat. Langkah selanjutnya yaitu memberi nama file dan lokasi penyimpanan pada komputer. Setiap sampel dilakukan lima kali replikasi dan tiap replikasi dikenakan tiga kali penembakan. Prosedur tersebut diulangi untuk semua sampel dengan pemberian nama file berbeda sesuai konsentrasi sampel. Hasil data yang diperoleh kemudian diolah dengan perangkat lunak *The Unscrambler* versi X 10.2.

3.7.4 Pembentukan Model Kalibrasi

Pembentukan model kalibrasi dari data pengukuran spektroskopi NIR yang diperoleh diolah dengan menggunakan perangkat lunak *The Unscrambler* versi X 10.2 (Camo). Pembentukan model kalibrasi dilakukan dengan metode PLS, PCR, dan SVR dengan tahapan: Buka software *The Unscrambler X 10.2*. Masukkan data dengan memilih *file, import data*, lalu pilih *brimrose* sehingga akan muncul tampilan data dengan masing-masing panjang gelombang. Buat kategori objek,

kemudian mengelompokan objek dengan dipilih *define range* dan mengisi *column range* dengan kategori pada kolom 1, kategori pada kolom 2 dan absorbansi pada kolom yang lain. Selanjutnya dibuat model kalibrasi dengan memilih *task > analyze >* metode kalibrasi PLS, PCR, dan SVR. Kalibrasi PLS dievaluasi menggunakan beberapa parameter di antaranya nilai R^2 (koefisien determinasi), nilai RMSEC (*Root Mean Square Error of Calibration*) dan nilai RMSECV (*Root Mean Square Error Cross of Validation*). Pemilihan set data spektrum didasarkan pada kemampuan prediksi yang terbaik dengan nilai korelasi R^2 mendekati 1, nilai RMSEC dan RMSECV semakin kecil.

3.7.5 Validasi Model Kemometrik

a. *Leave One Out Cross Validation (LOOCV)*

Validasi LOOCV digunakan untuk mengevaluasi data menggunakan *training set* sebagai set data validasi dengan pengambilan satu set data sampel kemudian model baru dibentuk dari data yang tersisa. Proses ini dilakukan beberapa kali secara acak pada sampel yang berbeda.

b. *2-Fold Cross Validation (2-FCV)*

Validasi 2-FCV dibuat dengan preparasi sampel *test set*. Dilakukan dengan *scanning* sampel *test set* menggunakan instrumen NIR sehingga menghasilkan data spektrum kemudian diolah dengan menggunakan software *The Unscrambler* versi X 10.2.

3.7.6 Penetapan Kadar MSG menggunakan Metode KLT-Densitometri

Metode penetapan kadar MSG pada penelitian ini menggunakan metode KLT-Densitometri berdasarkan penelitian Veni dkk (2010) dengan beberapa modifikasi. Adapun tahapan yang dilakukan antara lain:

a. Pembuatan Larutan Standar MSG

Dilakukan pembuatan dua larutan induk konsentrasi 1.000 ppm dan 2.000 ppm, untuk pembuatan larutan induk konsentrasi 1.000 ppm dengan cara

menimbang 25 mg standar MSG, sedangkan untuk larutan induk 2.000 ppm menimbang 50 mg standar MSG kemudian masing-masing dimasukkan dalam labu ukur 25 mL, dilarutkan dengan akuades steril ± 2 mL, kemudian ditambahkan pelarut metanol sampai tanda batas. Larutan induk 1.000 ppm diencerkan menjadi konsentrasi 50 ppm, 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 500 ppm, dan larutan induk 2.000 ppm diencerkan menjadi konsentrasi 400 ppm dan 800 ppm dalam labu ukur 10 mL.

b. Pembuatan Larutan Sampel

Masing-masing sampel ditimbang sebanyak 100 mg dalam labu ukur 10 mL, dilarutkan dalam akuades steril ± 2 mL dan diultrasonikasi menggunakan ultrasonikator selama ± 15 menit kemudian ditambahkan metanol sampai tanda batas dan disaring dengan kertas saring ke dalam vial kemudian dianalisis.

c. Penetapan Kadar MSG

Pada penelitian ini penetapan kadar MSG dilakukan pada dua lempeng KLT yang masing-masing terdiri dari dua sampel dan tujuh konsentrasi larutan standar MSG. Untuk lempeng A menggunakan sampel Antaka® dan KingMax® dengan standar MSG konsentrasi 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm, 800 ppm, dan 1.000 ppm, sedangkan untuk lempeng B menggunakan sampel MamaQu® dan Venus® dengan standar MSG konsentrasi 50 ppm, 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, 400 ppm, 500 ppm, dan 800 ppm.

Pada lempeng A larutan standar ditotolkan 4 μ L dan sampel ditotolkan 2 μ L, sedangkan untuk lempeng B larutan standar dan sampel masing-masing ditotolkan 2 μ L pada lempeng KLT. Jarak penotolan pada kedua lempeng KLT yaitu 1 cm. Eluen yang digunakan yaitu kloroform : metanol : asam formiat (4:6:1 v/v). Lempeng dieluasi dengan menggunakan eluen, setelah jenuh lempeng diangkat dan dilakukan derivatisasi dengan 1% larutan ninhidrin dalam aseton kemudian dikeringkan. Setelah itu, dilakukan *scanning* dengan menggunakan densitometer CAMAG pada panjang gelombang 485 nm untuk melihat kemurnian spektra yang dihasilkan. Dari hasil *scanning* tersebut dapat dihitung kadar MSG dalam sampel.

d. Perhitungan

Nilai konsentrasi analit yang dihasilkan dari *scanning* dikonversi sesuai banyaknya volume penotolan dan penimbangan kemudian dihitung kadar MSG masing-masing sampel yang dinyatakan dalam %b/b.

3.7.7 Aplikasi Sampel Nyata

Sampel nyata yang terpilih *discanning* menggunakan spektroskopi NIR, kemudian hasil data spektrum absorbansi yang diperoleh dianalisis menggunakan model kalibrasi terbaik yang telah dibentuk. Metode KLT-Densitometri digunakan sebagai metode pembanding.

3.7.8 Analisis Data

Hasil kadar MSG yang diperoleh dari metode NIR-Kemometrik dibandingkan dengan metode KLT Densitometri kemudian dilakukan uji T sampel berpasangan pada kedua metode. Nilai hasil perbandingan dianggap tidak signifikan apabila nilai sig. (2-tailed) $>0,05$ dengan tingkat kepercayaan 95%.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini antara lain:

1. Penetapan kadar MSG pada sampel bumbu tabur balado dapat dianalisis dengan metode NIR-Kemometrik menggunakan model kalibrasi terpilih PLS dengan nilai R^2 sebesar 0,983063 dan nilai RMSE sebesar 0,627323. Metode PLS telah memenuhi dua uji validasi yaitu metode LOOCV ($R^2 > 0,98$ dan $RMSE < 0,9$) dan metode 2-FCV ($R^2 = 0,9996809$ dan $RMSE = 0,0932152$).
2. Kadar MSG yang dihasilkan dari kedua metode NIR-Kemometrik dan KLT-Densitometri tidak memiliki perbedaan yang signifikan karena pada uji T sampel berpasangan dihasilkan nilai signifikansi sebesar 0,741 ($> 0,05$), sehingga metode NIR-Kemometrik dapat diaplikasikan sebagai metode penetapan kadar MSG pada bumbu tabur balado yang beredar di pasaran.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian, maka penulis menyarankan bahwa perlu dibentuk model kalibrasi dengan parameter nilai R^2 , RMSEC, dan RMSECV yang lebih baik dengan memperbanyak jumlah konsentrasi sampel, serta dapat dilakukan penetapan kadar MSG pada produk makanan lainnya yang beredar di pasaran.

DAFTAR PUSTAKA

- Aitken R. J, Roman S. D. 2008. *Antioxidant Systems and Oxidative Stress in the Testes. Oxidative Medicine and Cellular Longevity*. 1(1): 15-24
- Alen, Y., F. L. Agresa, dan Y. Yuliandra. 2017. *Analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dan Aktivitas Antihiperurisemia Ekstrak Rebung Schizostachyum brachycladum kurz pada Mencit Putih Jantan*. *Sains Farmasi dan Klinis*. 3(May): 146–152.
- Ardyanto, T. D. 2004. *MSG dan Kesehatan : Sejarah, Efek dan Kontroversinya*. 1:52–56.
- Astawan, Made. 2009. *Sehat dengan Hidangan Kacang dan Biji-bijian*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia. 2019. *Peraturan Kepala BPOM RI Nomor 11 Tahun 2019 Bahan Tambahan Pangan*. Jakarta: Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia.
- Badan Pusat Statistik. 2018. *Statistik Konsumsi Pangan*. Survei Sosial Ekonomi Nasional: Jakarta
- Balabin, R. M., R. Z. Safieva, dan E. I. Lomakina. 2010. *Analytica Chimica acta gasoline Classification Using Near Infrared (NIR) Spectroscopy Data: Comparison of Multivariate Techniques*. *Analytica Chimica Acta*. 671(1-2):27–35.
- Baranska, M., H. Schulz, R. Siuda, M.A.Strehle, P. Rosch, J. Popp, E. Joubert, dan M. Manley. 2005. *Quality Control of harpagophytum procumbens and its related phytopharmaceutical products by means of NIR Spectroscopy*. *Byopolymers*. 77(1): 1-8.
- Basak, D., S. Pal, dan D. C. Patranabis. 2012. *Support Vector Regression*. 11(10):203–224.

- Berrueta, L. A. dan R. M. Alonso-salces. 2007. *Supervised Pattern Recognition in Food Analysis*. 1158:196–214.
- Camo. 2006. *Methods*. Amerika Serikat: Shapeware Corporation.
- Cen, H. dan Y. He. 2007. *Theory and Application of Near Infrared Reflectance Spectroscopy in Determination of Food Quality*. 18:72–83.
- Clinical Reports. *International Journal Of Food Properties*. 20(2): 1807-1815.
- Conacher HB, Iyengar JR, Miles WF, Botting HG. *Gas-liquid Chromatographic Determination of Monosodium Glutamate in Soups and Soup Bases*. J Assoc Off Anal Chem 1979;62:604-9.
- Corwin, J.E. 2001. *Buku Saku Patofisiologi*. Penerbit Buku Kedokteran. Jakarta: EGC.
- Dahlan, S. M. 2011. *Statistik Untuk Kedokteran Kesehatan Edisi 5*. Jakarta: Salemba Medika
- Darwin Philips. 2013. *Menikmati Gula Tanpa Rasa Takut*. Perpustakaan Nasional: Sinar Ilmu.
- Edward, Z. 2010. *Pengaruh Pemberian Monosodium Norvegicus terhadap FSH dan LH*. 34:160–166.
- Emita Sabri, Deny Supriharti, dan Gunawan E. 2006. *Efek Pemberian Monosodium Glutamat (MSG) Terhadap Perkembangan Embrio Mencit (Mus musculus L.) Strain ddw Selama Periode Praimplantasi Hingga Organogenesis*. USU.
- European Parliament and Council of the European Union. 2008. *Regulation (EC) No. 1333/2008 of the European Parliament and of the Council on Food Additives*. Official Journal of the European Union. 354 (1) : 16-33.

- Farombi, E. O. dan O. O. Onyema. 2006. *Monosodium Glutamate-Induced Oxidative Damage and Genotoxicity in the Rat: Modulatory Rote of Vitamin C, Vitamin E and Quercetin*
- FASEB. 1995. *Analysis of Adverse Reaction to Monosodium Glutamate (MSG)*. Life Science Research Office: US.
- George, KR, Hibija, NJ and Malini NA. *Monosodium Glutamate (MSG) Induced Developmental Dysfunction In Female Albino Rats (Rattus Novergicus)*. 2013: 8,73-76.
- Geraldi, P. dan Bruce R. Kowalski. 1986. *Partial Least Squares Regression: a Tutorial*. Analytica Chimica Acta. 186
- Hambali, E.2008. *Membuat Aneka Bumbu Instan Kering*. Penebar Swadaya. Jakarta.
- Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya*. Majalah Ilmu Kefarmasian. Departemen Farmasi FMIPA-UI: Jakarta.
- Hartati, N. D. 2001. *Kajian Penggunaan Bilangan. Thiobarbituric Acid (TBA) Sebagai Indikator Peduga Umur Simpan Bumbu Masak Siap Pakai*. Fakultas Teknologi. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Hawkins, D. M., S. C. Basak, dan D. Mills. 2003. Assessing model fit by cross-validation. *Journal of Chemical Information and Computer Sciences*. 43(2):579–586.
- Hidayat, T.M. 2012. *Berbagai Manfaat Cabe Jawa (Piper retrofractum Vahl.)*. Fakultas Kesehatan Masyarakat. Universitas Diponegoro, Semarang.
- Indriani. 2010. *Sedapnya Variasi Balado*. Gramedia Pustaka Utama: Jakarta.
- Karlinasari, L., M. Sabed, N. J. Wistara, Y. A. Purwanto, dan H. Wijayanto. 2014. *Karakteristik Spektra Absorbansi NIR (Near Infra Red) Spektroskopi Kayu*

Acacia mangium willd pada Tiga Umur Berbeda. Jurnal Ilmu Kehutanan. 6(1):45–52.

Kurtanty, D., D. M. Faqih, dan N. P. Upa. 2018. *Monosodium Glutamate Review*. Edisi Edisi 4. Jakarta: Primer Koperasi Ikatan Dokter Indonesia.

Lengkey, L. C. E. C., I. W. Budiastara, K. B. Seminar, dan B. S. Purwoko. 2013. *Determination of Chemical Properties in Jatropha curcas L. seed ip-3p by Partial Least Square Regression and Near-Infrared Reflectance Spectroscopy*. International Journal of Agriculture innovations and research. 2(1) : 41-48.

Macharina. 2011. *Pengaruh Monosodium Glutamat terhadap Folikel dan Siklus Estrus Mencit Betina*. Repository Institusi Universitas Sumatera Utara.

Maluly HDB, Bragotto APA, Reyes FGR. 2017. *Monosodium Glutamate as a tool to reduce sodium in foodstuffs: Technological and Safety Aspects*. Food Sci-Nutr. 5 (1): 1039 - 1048.

Miller, J. N. dan J. C. Miller. 2010. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*. Edisi Sixth Edit. England: Pearson Education Limited.

Moulia, M. N., R. Syarief, E. S. Iriani, dan H. D. Kusumaningrum. 2018. *Antimikroba Ekstrak Bawang Putih*. Review. 55–66.

Mulyono, H. 2009. *Kamus Kimia*. Bumi Aksara: Jakarta

Ortiz, M.C. dan L.Sarabia. 2007. *Quantitative Determination in Chromatographic Analysis Based on N-Way Calibration Strategies*. 1158:94–110.

Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Nomor 11 Tahun 2019 Tentang Bahan Tambahan Pangan (BTP).

Pranowo, H. D., I. Tahir, dan A. Widiatmoko. 2007. *Quantitative Relationship of Electronic Structure and Inhibition Activity of Curcumin Analogs on Ethoxyresorufin o-dealkylation Reaction*. Indo. J. Chem. 7(1):78–82.

- Pritacindy, A. P. 2013. *Uji Efektifitas Ekstrak Bawang Putih (Allium sativum) Sebagai Insektisida Terhadap Kutu Rambut (Pediculus capitis)*. 1–9.
- Purseglove, J.W., E.G. Brown, C.L. Green, and S.R.J. Robbins. 1981. *Spices*. Volume 2. Longman-London, New York. p. 736-788
- Purwanto, Y. A. dan I. W. Budiastara. 2015. *Prediksi Kandungan Kimia Manga Arumanis Selama Penyimpanan dengan Spektroskopi NIR*. Keteknik Pertanian. 3(December):57–63.
- Raschka, S. 2018. *Model Evaluation, Model Selection, and Algorithm Selection in Machine Learning*.
- Reich, G. 2005. *Near-Infrared Spectroscopy and Imaging : Basic Principles and Pharmaceutical Applications*. 57:1109–1143.
- Riset Kesehatan Dasar. 2018. *Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan*. Kementerian RI: Jakarta
- Roggo, Y., P. Chalus, L. Maurer, C. Lema-martinez, dan N. Jent. 2007. *A Review of Near Infrared Spectroscopy and Chemometrics in Pharmaceutical Technologies*. 44:683–700.
- Rohman A. dan Sumanrei. 2017. *Analisis Makanan*. Gajah Mada University Press: Yogyakarta.
- Rowe, R. C., P. J. Sheskey, dan M. E. Quinn. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipients*. Edisi Sixth Edit. London, UK: RPS Publishing.
- Ruby-figueroa, R., M. Nardi, G. Sindona, C. Conidi, dan A. Cassano. 2019. *A Multivariate Statistical Analyses of Membrane Performance in the Clarification of Citrus press liquor*.
- Sabri E, Deny S dan Gunawan EU. 2006. *Efek Pemberian Monosodium Glutamat (MSG) terhadap Perkembangan Periode Praimplantasi Hingga Organogenesis*. Jurnal Biologi Sumatera. vol:1 (1), 8-14.

- Schwanninger, M., J. Carlos, dan K. Fackler. 2011. *A Review of Band Assignments in Near Infrared Spectra of Wood*. 308(August):287–308.
- Senese F. 2010. *What is a Simple Test for the Presence of Amino Acid?* General Chemistry Online.
<http://Antoine.frosburg.edu/chem/senese/101/organic/faq/aminoacid/test.shtml>. Diakses pada tanggal 27 April 2020 pukul 13.00
- Septadina, I. S. 2011. *Perubahan Struktur Mikroskopis Ovarium Akibat Pemberian Monosodium Glutamat pada Mencit (Mus musculus) Betina Dewasa*. Vol.1
- Smith, T. dan C. Haider. 2014. *Novel Method for Determination of Sodium in Foods By Thermometric Endpoint Titrimetry (TET)*. 3(1):20–25.
- Stahl, E. (2013). *Thin-Layer Chromatography: A Laboratory Handbook*. Springer
- Sukawan, U.Y. 2008. *Efek Toksik Monosodium Glutamat (MSG) pada Binatang Percobaan*. Sutising 3:306-314.
- Supriyo, E. 2002. *Peningkatan Kualitas Garam Rakyat dengan Penambahan Tawas*. Laporan Penelitian. FT Undip.
- Sutrisnanto Danny. 2001. *Persiapan Lahan dan Sarana Penunjang untuk Garam dan Tambak*. Departemen Perindustrian dan Perdagangan. Jakarta.
- Tawfik, M. S. dan N. Al-Badr. 2012. *Adverse Effects of Monosodium Glutamate on Liver and Kidney Functions in Adult Rats and Potential Protective Effect of Vitamins C and E*. 2012(May):651–659.
- Taylor, P., P. Stchur, D.Cleveland, J. Zhou, dan R.G Michel. 2002. *A Review of Recent Applications of Near-Infrared Spectroscopy and of the Characteristics of a Novel pbs ccd array-based Near-Infrared Spectrometer*. Applied Spectroscopy Reviews. 37(4):383-428.

- Veni, K., K. D, S. D. M, R. MF, V. M, dan P. YJ. 2010. *Analysis of Monosodium L-Glutamate in Food Products By High-Performance Thin Layer Chromatography*. Journal of Young Pharmacists. 2(3):297–300.
- Wakidi, R.F. 2012. *Efek Protektif Vitamin C dan E Terhadap Mutu Sperma Mencit Jantan Dewasa Yang di Pajan Dengan Monosodium Glutamat..* Medan: Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara.
- Williams, A. T. R. dan S. A. Winfield. 1982. *Monosodium Glutamate in Food Using High-Performance Liquid Chromatography and Fluorescence Detection*. 107(1092):1092–1094.
- Winarno, F. G. 1993. *Pangan Gizi, Teknologi dan Konsumen*. Gramedia Pustaka Utama: Jakarta.
- Winarno, F.G. 2004. *Kimia Pangan dan Gizi*. Gramedia Pustaka Utama: Jakarta
- Wulandari, L. 2011. *Kromatografi Lapis Tipis*. Jember: PT. Taman Kampus Presindo.
- Yuwono dan G. Indrayanti. 2005. *Validation of Methods Analysis. Profiles of Drug Substances, Excipients and Related Methodology*. Vol. 32. New York: Elsevier

LAMPIRAN

LAMPIRAN A. Alat dan Bahan yang Digunakan

A.1 Bahan-Bahan Sampel Simulasi Bumbu Tabur Balado



A.2 Sampel Bumbu Tabur Balado di Pasaran



A.3 Pembuatan Larutan Ninhidrin 1%

$$\frac{1 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \times 100 \% = 1\%$$

Ditimbang 1 gram ninhidrin dalam aseton ad 100 mL

A.4 Sampel *Training Set* dan *Test Set*

Gambar Sampel	Identitas Sampel
	<p><i>Training Set</i></p>
	<p><i>Test Set</i></p>

A.5 Instrumen



a. NIR



b. KLT-Densitometri

A.6 Larutan Standar dan Larutan Sampel Nyata

Eight glass vials containing standard solutions with labels: 50, 100, 200, 300, 400, 500, 800, and 1000 ppm.	Larutan Standar (ppm)
Four glass vials containing real samples labeled A, B, C, and D.	Larutan Sampel Nyata

A.7 Lempeng KLT Hasil Penotolan



A.8 Sertifikat Analisis Standar MSG



Melezatkan!

FM-LAB-03.001.005

CERTIFICATE OF ANALYSIS

No. : 029/QC/COA/IV/2019

Product : Monosodium Glutamate (MNG)
 Crystal : RSFC (@ 25 Kg)
 Brand : SASA
 Batch No. : 040329

Characteristic	Unit	Value	Lower Limit	Upper Limit
Purity	%	99,48	99,00	-
Loss On Drying (LOD)	%	0,08	-	0,50
Chloride (as NaCl)	%	0,007	-	0,090
pH (1 : 20 Aq. Soln.)	-	6,94	6,70	7,20
Colour	-	White	-	-

Prod. Date : March 2019
 Exp. Date : March 2029

April 10, 2019

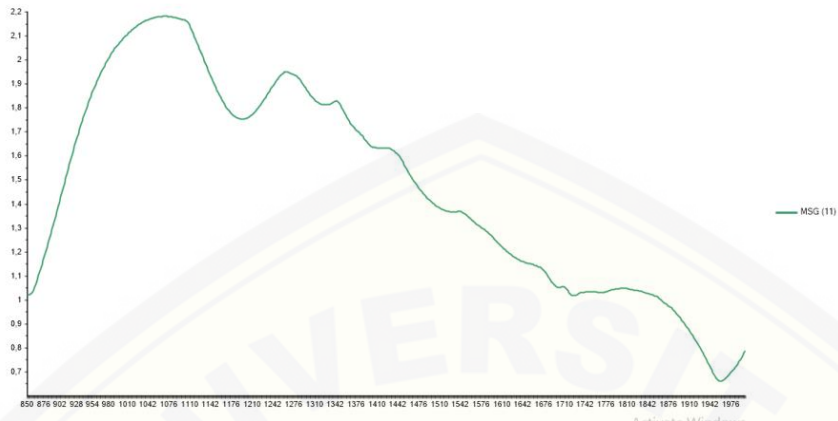
I PUTU TUDIK ARSA
 QC/QA MANAGER

PT SASA INTI

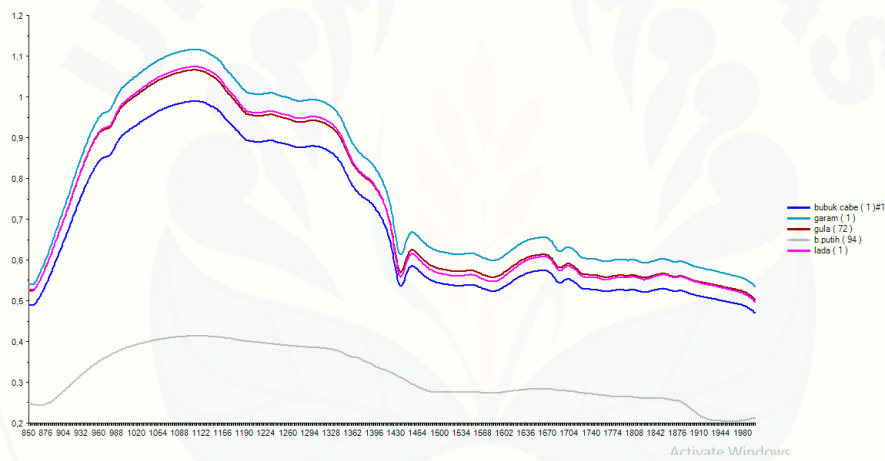
Jl. Let. Jend. S. Purmanas Kav. 32-34, Jakarta 11480 - Indonesia Tel: (+6221) 29393388, Fax: (+6221) 5493011
 Factory Gending: Jl. Raya Gending KM 12, Probolinggo 67272 - Indonesia Tel: (+62335) 611651-3, Fax: (+62335) 611654
 Factory Cilarang: Jl. Jababeka Raya Blok N No 5-8, Jababeka Industrial Estate, Bekasi 17550 - Indonesia Tel: (+6221) 8934578-81, Fax: (+6221) 89835135

LAMPIRAN B. Spektra Hasil Scanning dengan NIR

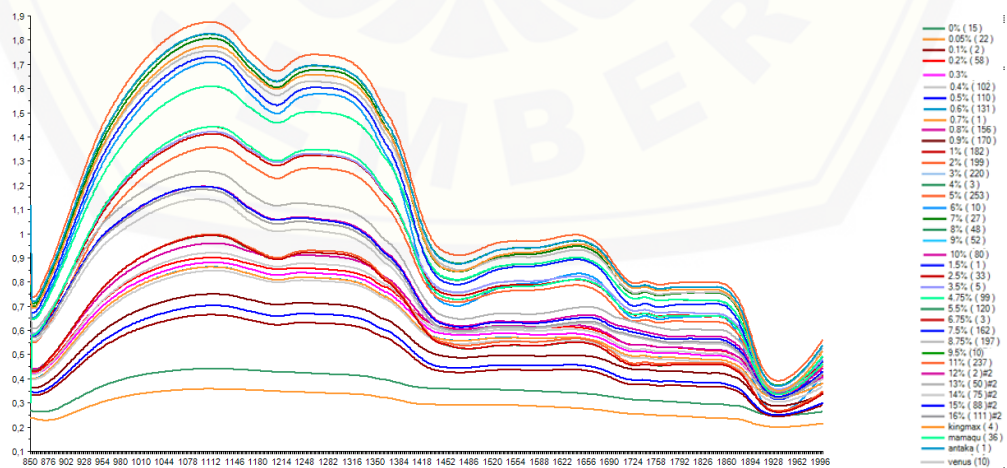
B.1 Spektrum Standar MSG



B.2 Spektrum Matriks



B.3 Spektrum Gabungan Sampel



LAMPIRAN C. Perhitungan Konsentrasi Sampel *Training Set* dan *Test Set*

Contoh Perhitungan

Sampel simulasi = 9600,5 mg

MSG = 402,1 mg

$$\text{Konsentrasi} = \frac{402,1 \text{ mg}}{9600,5 \text{ mg} + 402,1 \text{ mg}} \times 100\% = 4,0199\%$$
- Konsentrasi *Training set*

Sampel simulasi (mg)	MSG (mg)	Konsetrasi (%)
100018	0	0
9995,4	5,60	0,0550
9990,2	10,10	0,1010
9980,6	20,60	0,2050
9971,5	30,30	0,3030
9960,2	40,40	0,4040
9950,1	50,80	0,5080
9940,3	60,30	0,6030
9930,3	70,60	0,7060
9920,3	80,70	0,8070
9910,7	90,30	0,9030
9905,0	101,0	1,0010
9854,4	150,9	1,5082
9800,9	204,4	2,0430
9758,0	250,5	2,5028
9701,0	300,4	3,0030
9650,1	350,7	3,5052
9600,6	400,5	4,0045
9526,0	475,3	4,7523
9500,4	500,1	5,0007
9453,8	550,5	5,5026
9400,9	600,5	6,0040

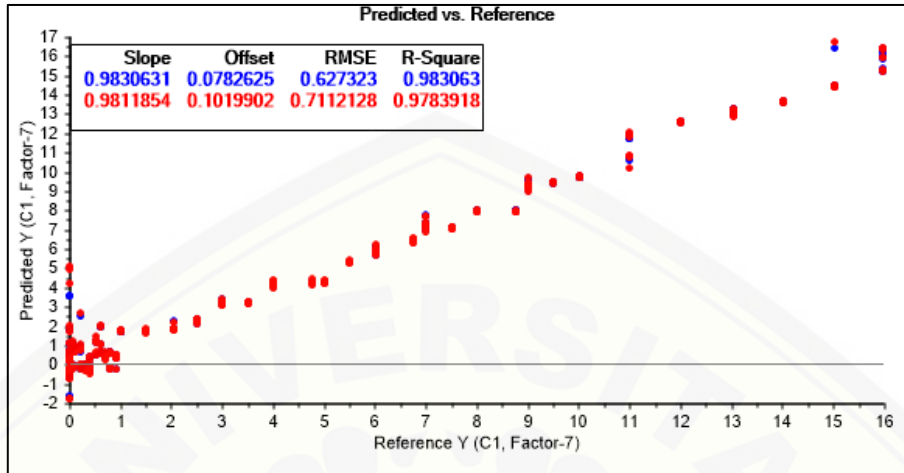
9325,6	675,8	6,7570
9300,5	700,2	7,0015
9251,4	750,3	7,5017
9200,3	800,7	8,0060
9125,3	875,4	8,7533
9100,6	900,3	9,0021
9051,0	950,7	9,5053
9000,9	1000,5	10,003
8901,0	1100,4	11,002
8808,0	1201,4	12,030
8702,0	1303,6	13,028
8601,2	1401,8	14,013
8502,0	1502,0	15,013
8412,0	1601,0	15,989

- Konsentrasi *Test set*

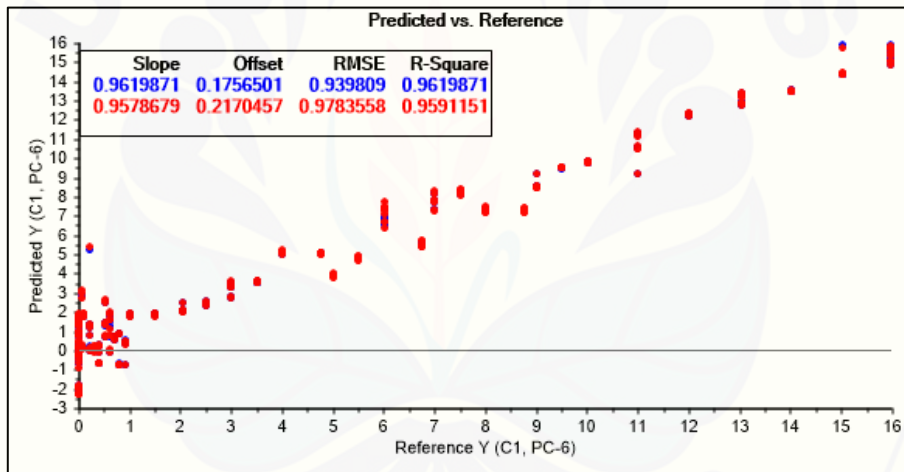
Sampel simulasi (mg)	MSG (mg)	Konsentrasi (%)
9985,2	15,00	0,1499
9965,1	35,20	0,3519
9945,4	55,10	0,5509
9905,1	95,40	0,9530
9825,4	175,6	1,7558
9550,7	450,6	4,5050
9325,6	650,6	6,5215
9225,4	775,2	7,7515
9150,2	850,2	8,5010
8950,5	1050,2	10,501
8750,0	1251,6	12,503
8551,6	1450,4	14,501

LAMPIRAN D. Hasil Analisis Kuantitatif dengan Kemometrik

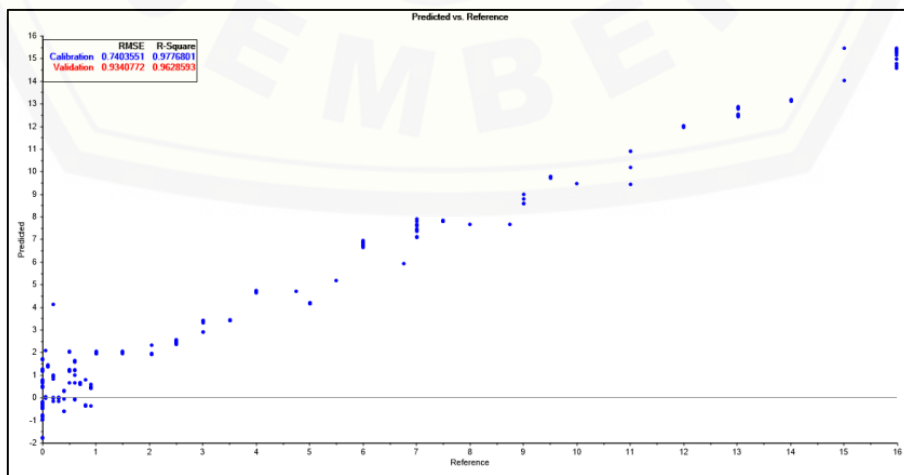
D.1 Model PLS



D.2 Model PCR

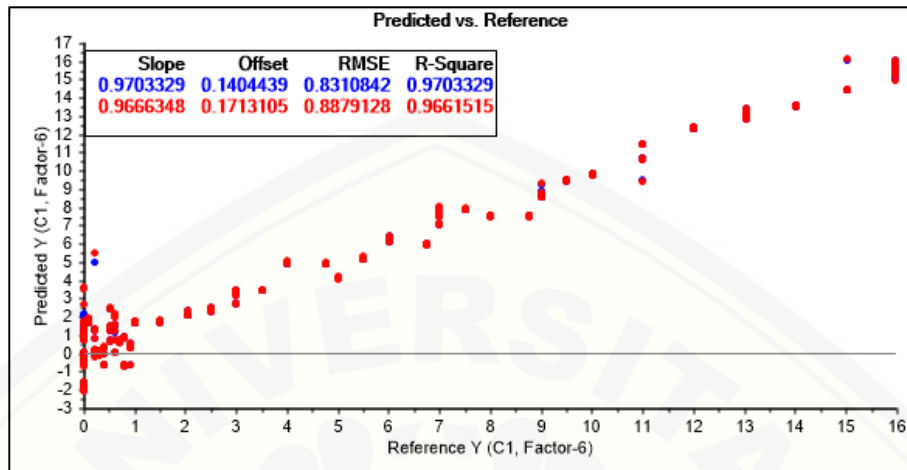


D.3 Model SVR

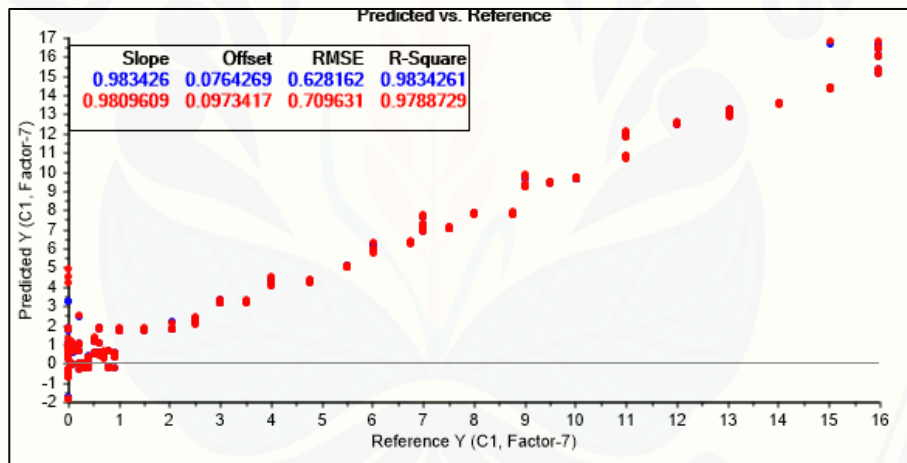


D.4 Hasil Validasi Model Kalibrasi PLS LOOCV

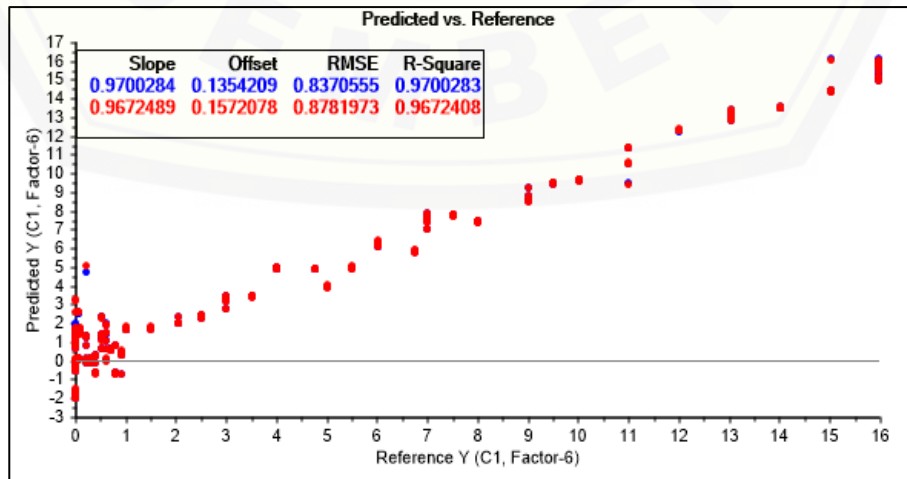
a). Sampel konsentrasi 0,05 % dikeluarkan



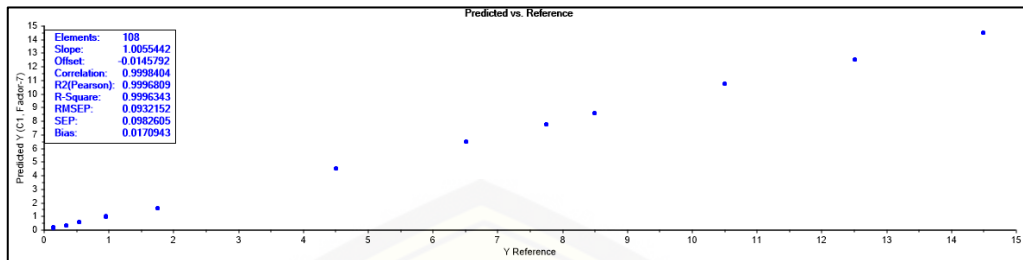
b). Sampel konsentrasi 5% dikeluarkan



c). Sampel konsentrasi 8,75% dikeluarkan



D.5 Hasil Validasi Model Kalibrasi PLS 2-FCV



D.6 Hasil Prediksi Sampel Nyata

Predicted Y (C1,	Predicted	Deviation
kingmax (1)	5,6096	0,6159
kingmax (2)	5,6092	0,6159
kingmax (3)	5,6244	0,6181
kingmax (4)	5,6276	0,6186
kingmax (5)	5,6066	0,6155
kingmax (6)	5,6019	0,6149
kingmax (7)	5,6124	0,6163
kingmax (8)	5,6176	0,6171
kingmax (9)	5,6302	0,6190

Predicted Y (C1,	Predicted	Deviation
venus (1)	1,2150	1,1345
venus (2)	1,1956	1,1322
venus (3)	1,2097	1,1338
venus (4)	1,1893	1,1315
venus (5)	1,2097	1,1338
venus (61)	1,1793	1,1305
venus (62)	1,2150	1,1345
venus (63)	1,1940	1,1320
venus (64)	1,2055	1,1333

mamaqu (1)	1,4153	1,5271
mamaqu (2)	1,4179	1,5248
mamaqu (3)	1,4284	1,5157
mamaqu (4)	1,4237	1,5198
mamaqu (5)	1,4263	1,5175
mamaqu (36)	1,4137	1,5285
mamaqu (37)	1,4057	1,5356
mamaqu (38)	1,4111	1,5308
mamaqu (39)	1,4006	1,5400

antaka (1)	9,8214	1,8887
antaka (2)	9,8225	1,8896
antaka (3)	9,8062	1,8745
antaka (4)	9,8109	1,8789
antaka (5)	9,8136	1,8813
antaka (86)	9,8115	1,8794
antaka (87)	9,8309	1,8974
antaka (88)	9,8544	1,9194
antaka (89)	9,8618	1,9262

LAMPIRAN E. Perhitungan Pembuatan Larutan Induk

a. Larutan Induk I

- Penimbangan = 25,01 mg

$$\frac{25,01 \text{ mg}}{25 \text{ mL}} \times 1.000 \text{ ppm} = 1.000,4 \text{ ppm}$$

- Pengenceran

$$\frac{0,5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1.000,4 \text{ ppm} = 50,2 \text{ ppm}$$

$$\frac{1 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1.000,4 \text{ ppm} = 100,4 \text{ ppm}$$

$$\frac{2 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1.000,4 \text{ ppm} = 200,8 \text{ ppm}$$

$$\frac{3 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1.000,4 \text{ ppm} = 300,12 \text{ ppm}$$

$$\frac{5 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 1.000,4 \text{ ppm} = 500,2 \text{ ppm}$$

b. Larutan Induk II

- Penimbangan = 50,3 mg

$$\frac{50,3 \text{ mg}}{25 \text{ mL}} \times 1.000 \text{ ppm} = 2.012 \text{ ppm}$$

- Pengenceran

$$\frac{2 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 2.012 \text{ ppm} = 402,4 \text{ ppm}$$

$$\frac{4 \text{ mL}}{10 \text{ mL}} \times 2.012 \text{ ppm} = 804,8 \text{ ppm}$$

LAMPIRAN F. Pembuatan Eluen

Pembuatan eluen dilakukan di lemari asam dengan memipet kloroform sebanyak 8 mL, metanol sebanyak 12 mL, dan asam formiat sebanyak 2 mL ke dalam erlenmeyer kemudian dihomogenkan dan dimasukkan ke dalam *chamber* untuk dijenuhkan.

LAMPIRAN G. Hasil Penetapan Kadar MSG dengan KLT-Densitometri

G.1 Perhitungan Hasil Kadar MSG pada Sampel Lempeng A

Substance: MSG @ 485 nm				Regression mode: Linear				
Regression via height		Y = 34,01 + 0,06534 * X		r = 0,98677	sdv = 8,92 %			
area		Y = 107,1 + 4,447 * X		r = 0,99857	sdv = 3,83 %			
Track	Vial	Rf	Amount Fraction	Height	X(calc)	Area	X(calc)	
1	1	0,66	400,16 ng	47,09		1965,28		Std Level 1
2	1	0,65	800,32 ng	83,54		3507,90		Std Level 2
3	1	0,64	1,200 µg	120,71		5757,47		Std Level 3
4	1	0,64	1,610 µg	154,54		7249,79		Std Level 4
5	1	0,65	2,001 µg	166,45		8639,74		Std Level 5
6	1	0,66	3,220 µg	234,85		14572,12		Std Level 6
7	1	0,66		234,57	3,070 µg	14701,56	3,282 µg	Sample
8	1	0,66		124,54	1,386 µg	8784,30	1,951 µg	Sample A
9	1	0,66		149,89	1,774 µg	8816,87	1,959 µg	Sample A
10	1	0,65		126,77	1,420 µg	8202,64	1,820 µg	Sample A
11	1	0,66		118,93	1,300 µg	8682,67	1,928 µg	Sample A
12	1	0,64		105,03	1,087 µg	4372,69	959,22 ng	Sample A
13	1	0,65		109,73	1,159 µg	6954,42	1,540 µg	Sample A
14	1	0,65		93,93	917,17 ng	5446,31	1,201 µg	Sample B
15	1	0,65		103,09	1,057 µg	5199,25	1,145 µg	Sample B
16	1	0,64		118,43	1,292 µg	5323,99	1,173 µg	Sample B
17	1	0,63		91,34	877,42 ng	4428,26	971,71 ng	Sample B
18	1	0,64		83,28	754,11 ng	3836,44	838,63 ng	Sample B
19	1	0,66		36,32	<360,14 ng	1847,01	391,27 ng	Sample B: Out of permitted range

Sampel A (Antaka ®)

- Replikasi penotolan 1

$$x = 1,951 \mu\text{g (dalam } 2 \mu\text{L)} = 1951 \text{ ng}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 1951 \text{ ng} = 9755000 \text{ ng} = 9,755 \text{ mg}$$

$$\frac{9,755 \text{ mg}}{100,6 \text{ mg}} \times 100\% = 9,697 \%$$

- Replikasi penotolan 2

$$x = 1,959 \mu\text{g (dalam } 2 \mu\text{L)} = 1959 \text{ ng}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 1959 \text{ ng} = 9795000 \text{ ng} = 9,795 \text{ mg}$$

$$\frac{9,795 \text{ mg}}{100,6 \text{ mg}} \times 100\% = 9,737 \%$$

- Replikasi penotolan 3

$$x = 1,928 \mu\text{g (dalam } 2 \mu\text{L)} = 1928 \text{ ng}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 1928 \text{ ng} = 9640000 \text{ ng} = 9,640 \text{ mg}$$

$$\frac{9,640 \text{ mg}}{100,6 \text{ mg}} \times 100\% = 9,583 \%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{9,697\% + 9,737\% + 9,583\%}{3} = 9,672 \%$$

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,012195}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,0060975}$$

$$SD = 0,0781 \%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,0781}{9,672} \times 100\% = 0,807 \%$$

Sampel B (KingMax ®)

- Replikasi penotolan 1

$$x = 1,201 \text{ } \mu\text{g (dalam } 2 \text{ } \mu\text{L)} = 1201 \text{ ng}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \text{ } \mu\text{L}}{2 \text{ } \mu\text{L}} \times 1201 \text{ ng} = 6005000 \text{ ng} = 6,005 \text{ mg}$$

$$\frac{6,005 \text{ mg}}{100,5 \text{ mg}} \times 100\% = 5,975 \%$$

- Replikasi penotolan 2

$$x = 1,145 \text{ } \mu\text{g (dalam } 2 \text{ } \mu\text{L)} = 1145 \text{ ng}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \text{ } \mu\text{L}}{2 \text{ } \mu\text{L}} \times 1145 \text{ ng} = 5725000 \text{ ng} = 5,725 \text{ mg}$$

$$\frac{5,725 \text{ mg}}{100,5 \text{ mg}} \times 100\% = 5,697 \%$$

- Replikasi penotolan 3

$$X = 1,173 \text{ } \mu\text{g (dalam } 2 \text{ } \mu\text{L)} = 1173 \text{ ng}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \text{ } \mu\text{L}}{2 \text{ } \mu\text{L}} \times 1173 \text{ ng} = 5865000 \text{ ng} = 5,865 \text{ mg}$$

$$\frac{5,865 \text{ mg}}{100,5 \text{ mg}} \times 100\% = 5,836 \%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{5,975\% + 5,697\% + 5,836\%}{3} = 5,836\%$$

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,038642}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,019321}$$

$$SD = 0,139\%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,139}{5,836} \times 100\% = 2,382\%$$

G.2 Perhitungan Hasil Kadar MSG pada Sampel Lempeng B

Substance: MSG @ 485 nm		Regression mode: Linear						
Regression via	height	Y = 23,81 + 0,2951 * X	r = 0,99712					
	area	Y = -24,77 + 16,84 * X	sdv = 5,04 %					
			r = 0,99776					
			sdv = 5,32 %					
Track	Vial	Rf	Amount Fraction	Height	X(calc)	Area	X(calc)	
1	1	0,58	100,04 ng	45,66		1270,92		Std Level 1
2	1	0,58	200,08 ng	90,57		3794,37		Std Level 2
3	1	0,59	400,16 ng	146,37		6837,88		Std Level 3
4	1	0,60	600,24 ng	195,62		9854,66		Std Level 4
5	1	0,60	804,80 ng	262,02		13577,45		Std Level 6
6	1	0,60		207,32	621,94 ng	10404,30	619,21 ng	Sample
7	1	0,60		272,32	842,24 ng	13539,95	805,38 ng	Sample
8	1	0,59		164,79	477,79 ng	7117,06	424,03 ng	Sample C
9	1	0,60		166,57	483,83 ng	6574,77	391,84 ng	Sample C
10	1	0,60		153,49	439,51 ng	5984,88	356,81 ng	Sample C
11	1	0,60		129,29	357,48 ng	4746,12	283,26 ng	Sample C
12	1	0,60		129,94	359,68 ng	4982,31	297,29 ng	Sample C
13	1	0,60		117,99	319,20 ng	4445,63	265,42 ng	Sample C
14	1	0,60		120,50	327,70 ng	4855,67	289,77 ng	Sample C
15	1	0,60		118,77	321,82 ng	4503,42	268,85 ng	Sample D
16	1	0,59		110,68	294,39 ng	4391,79	262,23 ng	Sample D
17	1	0,59		107,34	283,09 ng	4364,41	260,60 ng	Sample D
18	1	0,59		95,99	244,64 ng	4070,31	243,14 ng	Sample D

Sampel C (MamaQu ®)

- Replikasi penotolan 1

$$x = 283,26 \text{ ng (dalam } 2 \mu\text{L)}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 283,26 \text{ ng} = 1416300 \text{ ng} = 1,4163 \text{ mg}$$

$$\frac{1,4163 \text{ mg}}{100,1 \text{ mg}} \times 100\% = 1,415\%$$

- Replikasi penotolan 2

$$x = 297,29 \text{ ng (dalam } 2 \mu\text{L)}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 297,29 \text{ ng} = 1486450 \text{ ng} = 1,48645 \text{ mg}$$

$$\frac{1,48645 \text{ mg}}{100,1 \text{ mg}} \times 100\% = 1,485 \%$$

- Replikasi 3

$$x = 289,77 \text{ ng (dalam } 2 \mu\text{L)}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 289,77 \text{ ng} = 1448850 \text{ ng} = 1,44885 \text{ mg}$$

$$\frac{1,44885 \text{ mg}}{100,1 \text{ mg}} \times 100\% = 1,447 \%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{1,415\% + 1,447\% + 1,485\%}{3} = 1,449\%$$

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,002456}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,001228}$$

$$SD = 0,035 \%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,035}{1,449} \times 100\% = 2,415 \%$$

Sampel D (Venus ®)

- Replikasi penotolan 1

$$x = 268,85 \text{ ng (dalam } 2 \mu\text{L)}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 268,85 \text{ ng} = 1344250 \text{ ng} = 1,34425 \text{ mg}$$

$$\frac{1,34425 \text{ mg}}{100,4 \text{ mg}} \times 100\% = 1,339 \%$$

- Replikasi penotolan 2

$$x = 262,23 \mu\text{g (dalam } 2 \mu\text{L)}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 262,23 \text{ ng} = 1311150 \text{ ng} = 1,31115 \text{ mg}$$

$$\frac{1,31115 \text{ mg}}{100,4 \text{ mg}} \times 100\% = 1,306 \%$$

- Replikasi penotolan 3

$$x = 260,60 \text{ ng (dalam } 2 \mu\text{L)}$$

$$\text{Dalam } 10 \text{ mL} = \frac{10000 \mu\text{L}}{2 \mu\text{L}} \times 260,60 \text{ ng} = 1303000 \text{ ng} = 1,303 \text{ mg}$$

$$\frac{1,303 \text{ mg}}{100,4 \text{ mg}} \times 100\% = 1,298 \%$$

$$\text{Rata-rata kadar} = \frac{1,339\% + 1,306\% + 1,298\%}{3} = 1,314 \%$$

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

$$SD = \sqrt{\frac{0,000945}{2}}$$

$$SD = \sqrt{0,0004725}$$

$$SD = 0,022 \%$$

$$RSD (CV) = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$CV = \frac{0,022}{1,314} \times 100\% = 1,674\%$$

LAMPIRAN H. Tabel Kemurnian Spektra Sampel dan Standar MSG

H.1 Kemurnian Sampel A dan Sampel B

Track	Rf	Assigned Substance	Max. Signal	Display	r(s,m)	r(m,e)	Purity	r(s,s)	r(s,a)	Identity
2	0,65	MSG	86 AU @ 490 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0,999902	0,999879	ok	0,998863		N/A
5	0,65	MSG	205 AU @ 490 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0,999905	0,999885	ok	0,998863		N/A
10	0,65	MSG	143 AU @ 490 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0,999954	0,999585	ok	0,998863	0,999412	ok
15	0,65	MSG	124 AU @ 489 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0,999855	0,999895	ok	0,998863	0,999703	ok

H.2 Kemurnian Sampel C dan Sampel D

Track	Rf	Assigned Substance	Max. Signal	Display	r(s,m)	r(m,e)	Purity	r(s,s)	r(s,a)	Identity
4	0.60	MSG	328 AU @ 490 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0,999903	0,999828	ok	0,992511		N/A
5	0.60	MSG	441 AU @ 490 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0,997330	0,995841	ok	0,992511		N/A
8	0.59	MSG	250 AU @ 490 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0,999901	0,999569	ok	0,992511	0,995588	ok
15	0.60	MSG	171 AU @ 489 nm	<input checked="" type="checkbox"/>	0,999839	0,999345	ok	0,992511	0,991918	ok

LAMPIRAN I. Hasil Analisis Uji T Sampel Berpasangan

I.1 Hasil Uji Normalitas

Tests of Normality

	Kolmogorov-Smirnov ^a			Shapiro-Wilk		
	Statistic	df	Sig.	Statistic	df	Sig.
NIR	,276	4	.	,878	4	,330
KLT	,282	4	.	,874	4	,312

a. Lilliefors Significance Correction

I.2 Hasil Uji T Sampel Berpasangan

Paired Samples Statistics

		Mean	N	Std. Deviation	Std. Error Mean
Pair 1	NIR	4,514700	4	4,0825018	2,0412509
	KLT	4,546250	4	3,9716543	1,9858272

Paired Samples Correlations

		N	Correlation	Sig.
Pair 1	NIR & KLT	4	,999	,001

Paired Samples Test

		Paired Differences				t	df	Sig. (2-tailed)	
		Mean	Std. Deviation	Std. Error Mean	95% Confidence Interval of the Difference				
					Lower				Upper
Pair 1	NIR - KLT	-,0315500	,1740894	,0870447	-,3085650	,2454650	-,362	3	,741