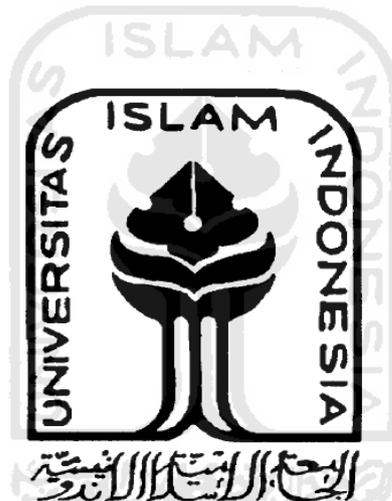


LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN

**PENENTUAN KANDUNGAN NATRIUM BENZOAT,
NATRIUM SAKARIN DAN ASPARTAM DALAM CONTOH
MAKANAN DAN MINUMAN DENGAN METODE
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) DI
BALAI POM MATARAM**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh derajat Ahli Madya
(A.Md) Analis Kimia Program Studi D III Analis Kimia**



Esi Aprilia

NIM : 12231010

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2015**

LAPORAN PRAKTEK KERJA LAPANGAN

**PENENTUAN KANDUNGAN NATRIUM BENZOAT,
NATRIUM SAKARIN DAN ASPARTAM DALAM CONTOH
MAKANAN DAN MINUMAN DENGAN METODE
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) DI
BALAI POM MATARAM**

**DETERMINATION OF SODIUM BENZOATE,
SODIUM SACCHARIN AND ASPARTAME IN FOOD AND
DRINK SAMPLES BY HIGH PRESSURE LIQUID
CHROMATOGRAPHY (HPLC) AT BALAI POM MATARAM**



DISUSUN OLEH

ESI APRILIA

NIM : 12231010

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2015**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN

**PENENTUAN KANDUNGAN NATRIUM BENZOAT,
NATRIUM SAKARIN DAN ASPARTAM DALAM CONTOH
MAKANAN DAN MINUMAN DENGAN METODE
KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) DI
BALAI POM MATARAM**

Dipersiapkan dan disetujui oleh:

Esi Aprilia

NIM : 12231010

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan

Program Studi D III Analis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia

Pada tanggal 18 Agustus 2015

Menyetujui

Ketua Program Studi

Pembimbing



Thorikul Huda, S.Si., M.Sc

NIK : 052316003

Thorikul Huda, S.Si., M.Sc

NIK : 052316003

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN PRAKTIK KERJA LAPANGAN

PENENTUAN KANDUNGAN NATRIUM BENZOAT,
NATRIUM SAKARIN DAN ASPARTAM DALAM CONTOH MAKANAN
DAN MINUMAN DENGAN METODE KROMATOGRAFI CAIR
KINERJA TINGGI (KCKT) DI BALAI POM MATARAM

Dipersembahkan dan disusun oleh :

Esi Aprilia

NIM: 12231010

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 18 Agustus 2015

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji



Thorikul Huda S.Si., M.Sc.
NIK : 052316003

Penguji I



Bayu Wiyantoko, M.Sc.
NIK : 132311101

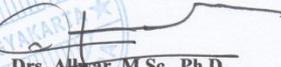
Penguji II



Reni Banowati, M.Sc.
NIK : 052316002

Mengetahui

Dekan Fakultas MIPA UII



Drs. Alwar, M.Sc., Ph.D.
NIK : 966120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Praktik Kerja Lapangan ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 18 Agustus 2015



Esi Aprilia



KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum, Wr. Wb.,

Syukur alhamdulillah kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmatNya sehingga laporan ini dapat diselesaikan. Shalawat serta salam kami teriring atas Rasullulah SAW, keluarga, sahabat, dan para pengemban risalah beliau hingga akhir zaman. Laporan Praktik Kerja Lapangan disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan tugas akhir semester Program Studi DIII Analis Kimia pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia. Penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada pihak pihak yang mempunyai peranan penting dalam pelaksanaan dan penyusunan Laporan Praktik Kerja Lapangan ini, terutama kepada :

1. Bapak Drs. Allwar, M.Sc., Ph.D selaku Dekan Fakultas matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
2. Bapak Thorikul Huda, S.Si., M.Sc. selaku Ketua Program Studi Diploma III Analis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia dan selaku dosen pembimbing
3. Ibu Yuli Rohyami S.Si., M.Sc selaku sekretaris Program Studi Diploma III Analis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
4. Rosita Mardiani STP, selaku pembimbing di instansi balai POM mataram
5. Seluruh karyawan pangan, dan seluruh karyawan Balai POM mataram.
6. Seluruh dosen, staf dan karyawan Program Diploma III Analis Kimia.

Penulis menyadari dalam penyusunan laporan ini masih banyak terdapat kekurangan, oleh karena ini penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi kesempurnaan laporan ini. Semoga dengan segala kekurangan, laporan ini masih dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan dan bagi semua pihak yang membutuhkan.

Wassalamu'alaikum Wr. Wb.

Yogyakarta, 15 juni 2015

Penyusun

DAFTAR ISI

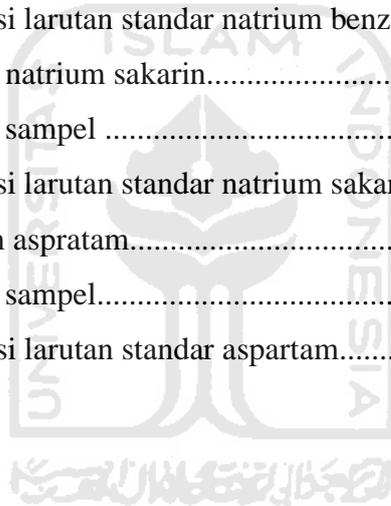
HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN.....	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	x
INTISARI.....	xi
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	1
1.3 Tujuan	2
1.4 manfaat.....	2
BAB II DASAR TEORI.....	4
2.1 Sejarah Singkat Balai POM Mataram.....	4
2.2 Bahan Pengawet.....	6
2.3 Bahan Pemanis.....	7
2.4 Benzoat.....	8
2.5 Sakarin.....	9
2.6 Aspartam.....	11
2.7 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi(KCKT)	12
BAB III METODOLOGI.....	18
3.1 Alat.....	18
3.2 Bahan.....	18
3.4 Prosedur Kerja.....	18
BAB IV PEMBAHASAN.....	21
4.1 Peparasi Larutan Standar dan Sampel.....	21
4.2 Pengujian Zat Aktif.....	22
4.2.1 Pengujian Natrium Benzoat.....	22

4.2.2 Pengujian Natrium Sakarin.....	25
4.2.3 Pengujian Aspartam.....	28
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	32
5.1 Kesimpulan.....	32
5.2 Saran.....	32
DAFTAR PUSTAKA.....	33
LAMPIRAN.....	35



DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Rumus struktur asam benzoat.....	8
Gambar 1.2 Rumus struktur natrium benzoat.....	9
Gambar 1.3 Rumus struktur sakarin.....	10
Gambar 1.4 Rumus struktur natrium sakarin.....	11
Gambar 1.5 Rumus struktur aspartam.....	12
Gambar 1.6 Diagram Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)	14
Gambar 4.1 Kromatogram natrium benzoat.....	23
Gambar 4.2 Kromatogram sampel.....	24
Gambar 4.3 Kurva kalibrasi larutan standar natrium benzoat.....	25
Gambar 4.4 Kromatogram natrium sakarin.....	26
Gambar 4.5 Kromatogram sampel	27
Gambar 4.6 Kurva kalibrasi larutan standar natrium sakarin.....	28
Gambar 4.7 Kromatogram aspartam.....	29
Gambar 4.8 Kromatogram sampel.....	30
Gambar 4.9 Kurva kalibrasi larutan standar aspartam.....	31



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Larutan standar natrium benzoat.....	24
Tabel 4.2 Hasil pengujian natrium benzoat.....	25
Tabel 4.3 Larutan standar natrium sakarin.....	27
Tabel 4.4 Hasil pengujian natrium sakarin.....	28
Tabel 4.5 Larutan standar aspartam.....	30
Tabel 4.6 Hasil pengujian aspartam.....	31



PENENTUAN KADAR NATRIUM BENZOAT, NATRIUM SAKARIN, DAN ASPARTAM DALAM MAKANAN DAN MINUMAN DENGAN METODE KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI (KCKT) DI BALAI POM MATAR

Program Studi DIII Analis Kimia FMIPA UII
Jl.kaliurang km 14.5 yogyakarta 55584
Esi Aprilia
Email : esiaprilia@yahoo.co.id

INTISARI

Natrium benzoat, natrium sakarin, dan aspartam merupakan zat adiktif yang digunakan untuk bahan pengawet dan pemanis yang dalam makanan dan minuman. Zat adiktif tersebut dapat ditentukan dengan metode kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Balai POM Mataram sebagai instansi yang bertanggung jawab pada pemantauan kualitas pangan di masyarakat selalu melakukan pengujian zat adiktif tersebut.

Analisis zat aditif dengan menggunakan metode KCKT untuk menentukan kadar bahan pengawet dan pemanis di dalam sampel makanan dan minuman. Kadar natrium benzoat tidak mengandung adanya pengawet natrium benzoat di dalam sampel makanan, sedangkan kadar natrium sakarin sebesar 33,406 mg/kg pada kode sampel ekstrudat 50; 45,852 mg/kg pada kode sampel ekstrudat 51; 69,137 mg/kg pada kode sampel ekstrudat 53; dan sebanyak 178,86 mg/kg pada kode sampel ekstrudat 55. Kadar aspartam dalam sampel sebanyak 70,342 mg/kg. Hasil penentuan LOD untuk parameter natrium benzoat, natrium sakarin, dan aspartam masing masing sebanyak 0,1521; 0,0782; dan 0,650. Kadar, sedangkan pengawet benzoat tidak terkandung dalam sampel. Penentuan pengawet dan pemanis telah ditetapkan oleh PERMENKES NO:722/MENKES/PER/X/ 1988, dan pemanis telah ditetapkan oleh SNI 01-6993-2004.

Kata kunci : natrium benzoat, aspartam, natrium sakarin, kromatografi cair kinerja tinggi.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kemajuan zaman membuat segala sesuatu dilakukan dengan cepat, tidak terkecuali dengan menyiapkan hidangan makanan. Seiring dengan meningkatnya pertumbuhan industri makanan dan minuman di Indonesia, terjadi peningkatan produksi makanan dan minuman yang beredar di masyarakat. Makanan dan minuman sering ditambahkan bahan pengawet sintetik dan pemanis. Bahan tambahan makanan digunakan untuk membuat makanan tampak lebih berkualitas, lebih menarik serta rasa dan tekstur lebih sempurna. Bahan kimia tersebut ditambahkan dalam jumlah sedikit (Wilga, 2001).

Banyaknya produk pangan dengan merk yang berbeda di pasaran membuat produsen bersaing meningkatkan daya tahan pangan dengan menambahkan berbagai zat aditif (bahan tambahan). Pemakaian bahan pengawet memiliki keuntungan karena dengan adanya bahan pengawet bahan pangan dapat dibebaskan dari kehidupan mikroba, baik yang bersifat patogen yang dapat menyebabkan keracunan atau gangguan kesehatan lainnya maupun mikrobial yang non patogen yang menyebabkan kerusakan bahan pangan misalnya pembusukan. Bahan pengawet pada dasarnya adalah senyawa kimia yang merupakan bahan asing, apabila pemakaian bahan pengawet dan dosisnya tidak diatur dan diawasi akan menimbulkan kerugian bagi konsumen, baik yang bersifat langsung misalnya keracunan ataupun yang tidak bersifat langsung atau kumulatif misalnya bahan pengawet yang bersifat karsinogenik. Umumnya bahan pengawet secara sengaja ditambahkan agar bahan pangan yang dihasilkan dapat mempertahankan kualitasnya dan memiliki umur simpan lebih lama sehingga memperluas jangkauan distribusinya (Wisnu, 2006).

Pemanis merupakan senyawa kimia yang sering ditambahkan dan digunakan untuk produk olahan pangan serta minuman. Pemanis berfungsi untuk meningkatkan cita rasa dan aroma, memperbaiki sifat fisik, sebagai pengawet, memperbaiki sifat kimia.

Penambahan bahan tambahan pada makanan memiliki dosis tertentu karena bahan tambahan makanan dapat menyebabkan bahaya kesehatan. Penggunaan bahan tambahan makanan diatur dalam Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomer 722/MENKES/PER/IX/88. Beberapa senyawa kimia yang sering digunakan sebagai zat aditif diantaranya adalah natrium benzoat, natrium sakarin, dan aspartam. Ketiga zat adiktif tersebut harus selalu dilakukan pemeriksaan pada berbagai produk makanan yang beredar di masyarakat agar aman ketika dikonsumsi.

Pengawasan produk makanan dan obat melakukan pengujian secara rutin di laboratorium untuk mengetahui produk makanan dan obat yang beredar di pasar memenuhi standar mutu yang telah ditetapkan. Untuk memenuhi standar mutu tersebut perlu adanya pengembangan metode yang valid dan memenuhi standar sehingga metode yang dihasilkan dapat digunakan untuk pengujian rutin dalam pelaksanaan tugas pengawasannya. Metode yang telah di gunakan untuk penentuan kadar natrium benzoat, natrium sakarin dan aspartam yaitu dengan menggunakan metode paling umum yaitu kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Metode kromatografi cair kinerja tinggi secara umum menggunakan campuran fase gerak dapar-asetonitril atau campuran dapar-metanol sebagai fase gerak.

1.2 Perumusan Masalah

Perumusan masalah dalam Praktik Kerja Lapangan ini adalah :

1. Berapa kadar natrium benzoat, natrium sakarin dan aspartam yang terkandung dalam sampel makanan dan minuman ?
2. Apakah kadar bahan pengawet natrium benzoat dalam sampel makanan sesuai dengan PERMENKES NO : 722/MENKES/PER/IX/1988 ?
3. Apakah kadar bahan pemanis sakarin dan aspartam dalam sampel makanan dan minuman sesuai dengan SNI 01-6993-2004 ?

1.3 Tujuan

Tujuan dari Praktik Kerja Lapangan ini adalah :

1. Menentukan kadar natrium benzoat, natrium sakarin, dan aspartam pada makanan dan minuman menggunakan KCKT.
2. Mengetahui kadar bahan pengawet dan pemanis sesuai dengan PERMENKES NO: 722/MENKES/PER/IX/1988 dan SNI 01-6993-2004

1.4 Manfaat

Hasil dari Praktik Kerja Lapangan ini diharapkan berguna bagi :

1. Mahasiswa
Dapat memberi dorongan kepada mahasiswa untuk melakukan penelitian yang lebih lanjut mengenai bahan pengawet dan pemanis yang lain seperti asam propionat dan garamnya; belerang dioksida; sulfit; nitrit; dan nitrat, sakarin dan garamnya yang terdapat dalam makanan dan minuman kemasan yang lainnya.
2. Masyarakat
Meningkatkan perlindungan masyarakat dari produk makanan dan obat yang beresiko terhadap kesehatan.

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Sejarah Singkat Balai POM Mataram

Kantor Balai Besar POM di Mataram berdiri diatas tanah seluas 3.887 m² dengan luas bangunan 3.530 m². Penenrangan PLN 86 KVA. Balai Besar POM di mataram didukung oleh 83 orang SDM, adapun rincian berdasar kan kualifikasi pendidikan yaitu 4 orang sarjana S2, 35 orang Apoteker, 9 orang diploma, 6 orang diploma III, 36 orang SAA/SMF/SMAK/SMA/SMEA/SKTP, kualifikasi teknis 12 orang PPNS, 21 orang tenaga fungsional pengawas farmasi dan makanan.

Laboratorium yang dimiliki oleh Balai Besar POM di mataram adalah :

1. Laboratorium pengujian produk terapeetik
2. Laboratorium narkotika psikotropika
3. Laboratorium obat tradisional, kosmetik dan produk komplemen
4. Laboratorium pengujian pangan dan bahan berbahaya
5. Laboratorium pengujian mikrobiologi
6. Laboratorium biomolekuler khusus : uji DNA (Deteksi kehalala)

Instrumen dan alat yang digunakan dalam laboratorium antara lain kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT). Kromatografi gas (GC), spektrofotometer serapan atom (AAS), spektrofotometer UV-Vis, spektrodensitometer, spektrofluorometer, polimerase cair reaction (PCR), PCR merupakan instrumen yang digunakan untuk mendeteksi DNA babi dalam suatu produk makanan, alat ini hanya dimiliki oleh PPOMN, Balai Besar POM mataram, Balai Besar POM makasar dan Balai Besar aceh. Balai Besar POM mataram sebagai rujukan uji deteksi DNA babi dari BBPOM/BPOM wilayah tengah dan timur. Laboratorium Balai Besar POM di Mataram telah terakreditasi ISO/IEC 17025 : 2005. Sistem manajemen mutu laoratorium Balai Besar POM di Mataram digunakan dalam Balance Score Card.

Sesuai Pasal 3 Peraturan Kepala Badan POM No. 14 Tahun 2014, Unit Pelaksana Teknis di lingkungan Badan POM mempunyai fungsi :

1. Penyusunan rencana dan program pengawasan obat dan makanan.

2. Pelaksanaan pemeriksaan secara laboratorium, pengujian dan penilaian mutu produk terapeutik, narkotika, psikotropika zat adiktif, obat tradisional, kosmetik, produk komplemen, pangan dan bahan berbahaya.
3. Pelaksanaan pemeriksaan laboratorium, pengujian dan penilaian mutu produk secara mikrobiologi.
4. Pelaksanaan pemeriksaan setempat, pengambilan contoh dan pemeriksaan sarana produksi dan distribusi.
5. Investigasi dan penyidikan pada kasus pelanggaran hukum.
6. Pelaksanaan sertifikasi produk, sarana produksi dan distribusi tertentu yang ditetapkan oleh Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan
7. Pelaksanaan kegiatan layanan informasi konsumen.
8. Evaluasi dan penyusunan laporan pengujian obat dan makanan.
9. Pelaksanaan urusan tata usaha dan kerumahtanggaan.

Pelaksanaan tugas lain yang ditetapkan oleh Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan, sesuai dengan bidang tugasnya.

Visi dari Balai Besar POM di Mataram yaitu:

Menjadi institusi pengawas obat dan makanan yang inovatif, kredibel, dan diakui secara internasional untuk melindungi masyarakat

Misi dari Balai Besar POM di Mataram yaitu:

1. Melakukan pengawasan pre-market dan post-market berstandar internasional
2. Menerapkan sistem manajemen mutu secara konsisten
3. Mengoptimalkan komitmen dengan pemangku kepentingan di berbagai lini
4. Memberdayakan masyarakat agar mampu melindungi diri dari obat makanan yang beresiko terhadap kesehatan
5. Membangun organisasi pembelajaran (learning organization)

Adapun budaya kerja dari Balai Besar POM di Mataram adalah :

1. Profesional

Menegakkan profesionalisme dengan integritas, objektivitas, ketekunan, dan komitmen yang tinggi

2. Kredibel

Dapat dipercaya dan diakui oleh masyarakat luas, nasional, dan internasional

3. Cepat tanggap

Antisipatif dan responsif dalam mengatasi masalah

4. Kerjasama tim

Mengutamakan keterbukaan, saling percaya dan komunikasi yang baik

5. Inovatif

Mampu melakukan pembaruan sesuai ilmu pengetahuan dan teknologi terkini

Adapun tujuan dari Balai Besar POM di Mataram adalah meningkatkan perlindungan masyarakat dari produk obat dan makanan yang beresiko terhadap kesehatan.

2.2 Bahan Pengawet

Pengertian bahan pengawet sangat bervariasi tergantung dari negara yang membuat batasan tentang pengertian bahan pengawet. Bahan pengawet adalah senyawa yang mampu menghambat dan menghentikan proses fermentasi, pengasaman atau bentuk kerusakan lainnya, bahan yang dapat memberikan perlindungan bahan pangan dari pembusukan. Adapun Menurut peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia nomer 722/Menkes/Per/X/1988 tentang bahan tambahan pangan yang mencegah atau menghambat fermentasi, pengasaman atau penguraian lain terhadap pangan yang disebabkan oleh mikroorganisme (Wisnu, 2006).

Adapun bahan makanan yang diizinkan sesuai dengan peraturan Menteri Kesehatan RI No. 722/MEN.KES/PER/IX/88 tentang bahan makanan adalah:

1. Bahan tambahan makanan yang diizinkan digunakan pada makanan terdiri dari antioksidan, antikempal, pengatur keasaman, pemanis buatan, pemutih, pematang tepung, pengemulsi, pemantap, pengental, pengawet, pengeras, pewarna, penyedap rasa dan aroma, penguat rasa, dan sekuestran
2. Untuk makanan yang diizinkan mengandung lebih dari satu macam antioksidan, dengan hasil bagi masing masing bahan sesuai batas maksimum penggunaan jika dijumlahkan tidak boleh lebih dari satu.
3. Untuk makan yang diizinkan mengandung lebih dari satu macam pengawet, hasil bagi masing masing bahan dengan batas maksimum penggunaannya jika dijumlahkan tidak boleh lebih dari satu.

4. Batas penggunaan secukupnya adalah penggunaan yang sesuai dengan cara produksi yang baik, maksudnya jumlah wajar yang diperlukan sesuai dengan tujuan penggunaan tambahan bahan makanan tersebut.
5. Bahan tambahan makanan golongan pengawet, batas maksimum penggunaan garam benzoat dihitung sebagai asam benzoat, garam sorbat sebagai asam sorbat dan senyawa sulfit sebagai SO_2 .
6. Pemanis buatan adalah bahan tambahan makanan yang dapat menyebabkan rasa manis pada makanan yang tidak atau hampir mempunyai nilai gizi.
7. Pengawet adalah tambahan makanan yang mencegah atau mengambat fermentasi, pengasaman atau perguraian lain terhadap makanan yang disebabkan oleh mikroorganisme.

2.3 Bahan Pemanis

Pemanis merupakan senyawa kimia yang sering ditambahkan dan digunakan untuk keperluan produk olahan pangan, industri serta minuman dan makanan kesehatan. Pemanis berfungsi untuk meningkatkan cita rasa dan aroma, memperbaiki sifat-sifat fisik, sebagai pengawet, memperbaiki sifat-sifat kimia sekaligus merupakan sumber kalori bagi tubuh (Wisnu, 2006).

Pemanis sintetis adalah bahan tambahan makanan yang dapat memberikan rasa manis pada makanan, yang tidak atau hampir tidak mempunyai nilai gizi, kalori yang dihasilkannya jauh lebih rendah daripada gula. Biasanya digunakan pada makanan yang ditujukan untuk penderita *diabetes mellitus* atau untuk makanan diet agar badan langsing (Winarno, 1994).

Tujuan penggunaan pemanis tambahan sintetis dalam bahan pangan yaitu :

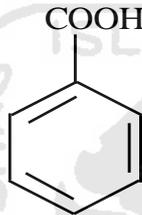
1. Sebagai pangan bagi penderita diabetes millitus karena tidak menimbulkan kelebihan gula darah
2. Memenuhi kebutuhan kalori rendah untuk penderita kegemukan
3. Sebagai penyalur obat
4. Menghindari kerusakan gigi

Industri pangan, minuman, termasuk industri rokok, pemanis sintetis digunakan dengan tujuan menekan biaya produksi karena pemanis sintetis ini

mempunyai tingkat rasa manis yang lebih tinggi dan juga harganya relatif lebih murah dibandingkan dengan gula yang diproduksi oleh alam

2.2 Benzoat

Sifat sifat asam benzoat adalah sebagai berikut : bobot molekul 122,12, mengandung tidak kurang dari 99,5% dan tidak lebih dari 100,5% $C_6H_5O_2$, dihitung terhadap zat anhidrat, pemberian serbuk hablur berbentuk jarum atau sisik, putih, sedikit berbau, biasanya berbau benzaldehida atau benzoin, agak mudah menguap pada suhu hangat, mudah menguap dalam uap air, kelarutan sukar dalam air, mudah larut dalam etanol, dalam kloroform dan eter. Struktur kimia dari asam benzoat dapat dilihat melalui Gambar 2.1 (Depkes, RI , 1955).



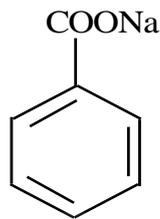
Gambar 2.1 Rumus Struktur Asam Benzoat

Asam benzoat merupakan bahan pengawet yang sangat luas penggunaannya dan sering digunakan pada makanan atau minuman, digunakan untuk mencegah pertumbuhan mikroorganisme. Benzoat efektif pada pH 2,5-4,0 karena sifat kelarutan garamnya lebih besar maka digunakan dalam bentuk garam natrium benzoat, sedangkan dalam bahan pangan garam benzoat terurai menjadi bentuk aktif yaitu bentuk asam benzoat yang tak terdisosiasi (Winarno, 1997).

Asam benzoat mempunyai toksisitas sangat rendah terhadap hewan maupun manusia, hal ini disebabkan oleh hewan dan manusia mempunyai mekanisme detoksifikasi benzoat yang efisien, pengeluaran benzoat antara 66-95% jika benzoat dikonsumsi dalam jumlah besar (Yuliarti, 2007).

Asam benzoat dapat menghambat bakteri penghasil toksin (racun), bakteri spora dan bakteri bukan pembusuk. Senyawa benzoat ini dapat mempengaruhi rasa pada bahan makanan atau minuman yang diberi benzoat memberikan kesan aroma fenol yaitu seperti aroma obat cair, asam benzoat digunakan untuk mengawetkan minuman, saus sari buah, sirup, dan ikan asin.

Natrium benzoat memiliki sifat yaitu berupa grabul atau serbuk hablur berwarna putih, tidak berbau dan stabil di udara, mudah larut di dalam air, sukar larut di dalam etanol dan lebih larut dalam etanol 90%, kelarutan dalam air pada suhu 25°C sebanyak 660 g/L dengan bentuk yang aktif sebagai pengawet sebesar 84,7% pada range pH 4,8. Struktur kimia dari natrium benzoat dapat dilihat melalui Gambar 2.2 (Wisnu, 2006).

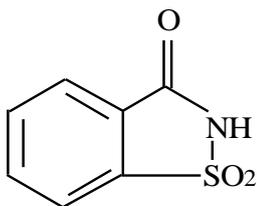


Gambar 2.2 Rumus Struktur Natrium Benzoat

Dampak dari penggunaan natrium benzoat bagi tubuh adalah dapat menyebabkan kanker karena natrium benzoat berperan sebagai agen karsinogenik, untuk asam benzoat dan natrium benzoat bisa menimbulkan alergi dan penyakit saraf, konsumsi benzoat yang berlebihan pada tikus akan menyebabkan kematian dengan gejala hiperaktif, sawan, kencing terus menerus dan penurunan berat badan, benzoat dipandang tidak mempunyai efek teratogenik menyebabkan cacat bawaan jika dikonsumsi melalui mulut dan tidak mempunyai efek karsinogenik (Yuliarti, 2007).

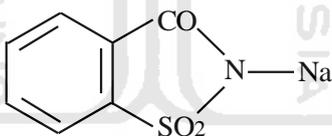
2.3 Sakarin

Sifat sakarin mengandung tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 101,0% $C_7H_5NO_3S$ dihitung dari jumlah zat yang kering, pemberian serbuk atau hablur putih tidak berbau aromatik lemah, larutan beraksi asam terhadap lakmus, larutan encernya tidak boleh kurang 300 kali semanis sukrosa, kelarutan agak sukar larut dalam air dalam koroform dan dalam eter, larut dalam air mendidih dan larut dalam etanol, mudah larut dalam larutan yang encer, dalam larutan alkali hidroksida dan larutan alkalikarbonat dengan pembentukan kanbodioksida, baku pembanding O-Toluenasulfonamida BPFL, boleh dikeringkan sebelum digunakan dalam wadah tertutup. Struktur kimia dari sakarin dapat dilihat melalui Gambar 2.3 (Depkes RI, 1995).



Gambar 2.3 Rumus Struktur Sakarin

Sebagai pemanis buatan biasanya dalam bentuk garam kalsium, kalium, dan natrium sakrin dengan rumus kimia ($C_{14}H_8CaN_2O_6S_2 \cdot 3H_2O$), ($C_7H_4KNO_3S \cdot 2H_2O$), dan ($C_7H_4NaNO_3S \cdot 2H_2O$). Garam sakarin berbentuk kristal putih, tidak berbau atau berbau aromatik lemah, dan mudah larut dalam air serta berasa manis, sakarin memiliki tingkat kemanisan relatif besar yaitu 300-500 kali tingkat kemanisan sukrosa dengan tanpa nilai kalori. Intensitas natrium sakarin cukup tinggi 200-700 kali sukrosa 10%, selain rasa manis dari sakarin juga memiliki rasa pahit yang disebabkan oleh kemurnian yang rendah dari proses sintetik. Struktur kimia dari natrium sakarin dapat dilihat melalui Gambar 2.4 (Depkes RI, 1995)



Gambar 2.4 Rumus Struktur Natrium Sakarin

Adapun sifat dari natrium sakarin yaitu mengandung tidak kurang dari 98,0% dan tidak lebih dari 101,0% $C_7H_4NaNO_3S$ dihitung terhadap zat anhidrat dengan berat molekul 205,16 gram/mol, pemberian hablur atau serbuk hablur putih, tidak berbau atau agak aromatik, rasa sangat manis walau dalam larutan encer, larutan encernya tidak lebih kurang 300 kali semanis sukrosa, bentuk serbuk biasanya mengandung sepertiga jumlah teoritis air hidrat akibat perekahan, kelarutan mudah larut dalam air, agak sukar larut didalam etanol, baku pembandingan α -Toluenasulfonamida BPFL, tidak boleh dikeringkan sebelum digunakan, disimpan dalam wadah yang tertutup (Depkes RI, 1995).

Sakarin secara luas dipergunakan sebagai pengganti gula dengan bahan pemanis lainnya seperti siklamat dan aspartame. Natrium sakarin dalam tubuh

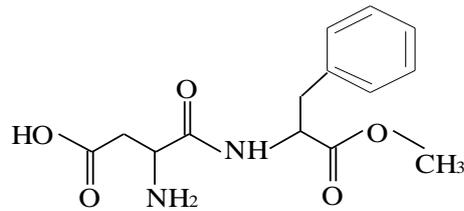
tidak mengalami metabolisme sehingga diekresikan melalui urine tanpa perubahan kimia. Hasil penelitian *National Academy of Science* tahun 1968 menyatakan bahwa sebanyak 1 gram atau lebih mengkonsumsi sakarin oleh orang dewasa menyebabkan terjadinya gangguan kesehatan. Pada tahun 1977 *Canada'Health Protection Branch* melaporkan bahwa sakarin dapat menyebabkan terjadinya kanker kandung kemih, penggunaan sakarin di Canada dilarang dipergunakan (Wisnu, 2006).

2.4 Aspartam

Aspartam adalah senyawa metal ester dipeptida yaitu *L-aspartyl-L-phenilalanine methyl ester* yang memiliki rasa manis 100-200 kali dari pada gula biasa dengan konsentrasi yang sama, artinya dengan menggunakan pemanis ini maka kita hanya memerlukan 1/200 kali lebih sedikit aspartam dibandingkan dengan menggunakan gula biasa. Aspartam adalah metil ester dari dipeptida asam amino alami yaitu asam aspartat dan fenilalanin. Aspartam ditemukan secara tidak sengaja oleh James Schlatter pada tahun 1965, ketika mensintesis obat-obatan untuk bisul, borok dan pereda nyeri (Cahyadi, 2006)

Aspartam merupakan salah satu pemanis buatan yang biasanya digunakan untuk penderita diabet, untuk mengontrol kalori, dan untuk menjaga kesehatan gigi (Grenby, 1997). Aspartam memiliki nilai kalori yang lebih rendah dibandingkan pemanis lainnya seperti siklamat, asesulfam, laktosa, sakarin, fruktosa, dan maltosa (Vallvey *et al*, 2004), aspartam memiliki tingkat kemanisan relatif sebesar 60-220 kali tingkat kemanisan sukrosa dengan nilai kalori sebesar 0,4 kkal/g (Cahyadi, 2006)

Aspartam memiliki rumus kimia $C_{14}H_{18}N_2O_5$ dan berat molekul 294.31. Aspartam memiliki dua gugus fungsi yang bisa terionisasi dan keduanya ada pada bagian residu asam aspartat, pada pH netral, aspartam memiliki dua bentuk terionisasi, aspartam pada suhu kamar berbentuk bubuk putih yang tidak berbau dan titik leburnya 248-250°C. Struktur kimia dari aspartam dapat dilihat melalui Gambar 2.5 (Depkes RI, 1995).



Gambar 2.5 Rumus Struktur Aspartam

Aspartam terdiri dari tiga komponen utama yaitu fenilalanin, asam aspartat, dan metanol. Aspartam merupakan dipeptida metil eter atau *L-aspartyl-L-phenylalanine methyl ester* dengan rumus molekul $C_{14}H_{18}O_5N_2$ mempunyai berat molekul 294,31 yang berwarna putih, tidak berbau, dan berupa bubuk kristal (BPOM, 2008). Aspartam pada kondisi asam atau dalam proses metabolisme, yang pertama kali terhidrolisis adalah metanol, kemudian ikatan peptida akan terhidrolisis menghasilkan asam amino bebas. Dalam tubuh, aspartam dimetabolisme menjadi komponen-komponen penyusunnya, yaitu asam aspartat (40%), fenilalanin (50%), dan metanol (10%) (Oktavianti *et al*, 2005).

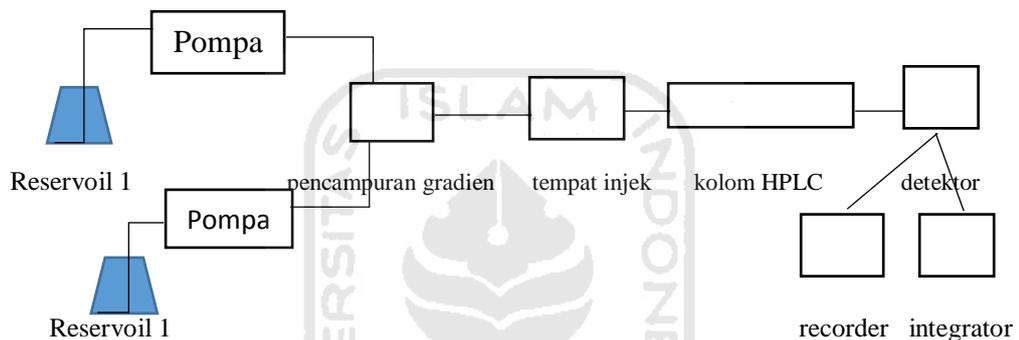
Absorpsi metanol dalam tubuh dipercepat menjadi formaldehid, asam format, dan diketopiperazin (DKP), yang akan mengakumulasi asam nukleat, protein, dan lipid. Formaldehid dapat menyebabkan kerusakan pada organ hepar, ren, neuron pada sistem saraf pusat, pembengkakan cairan spinal, kelenjar limfe, degenerasi sel parenkim pada cor, pulmo terjadi desquamasi epitelium, dan kerusakan organ tubuh lainnya. Kerusakan tersebut, karena lambatnya ekskresi dari tubuh dan penggunaan yang melebihi batas ketentuan (Oktavianti *et al*, 2005).

2.5 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)

Kromatografi Cair Kinerja (KCKT) atau *High Pressure Liquid Chromatography* (HPLC) adalah metode analisis terbaru yaitu suatu teknik kromatogram dengan fase gerak berupa cairan dan fase diam berupa cairan atau padat. Kelebihan dari metode ini jika dibandingkan dengan metode lain adalah mampu memisahkan molekul molekul dari suatu campuran, mudah melaksanakannya, kecepatan analisis dan kepekaan yang tinggi, dapat dihindari terjadinya dekomposisi/kerusakan bahan yang dianalisis, resolusi yang baik,

dapat digunakan bermacam macam detektor, kolom dapat digunakan kembali, mudah melakukan *sample recovery*.

Prinsip kerja dari KCKT adalah sebagai bantuan pompa fase gerak cair dialirkan melalui kolom menuju detektor, cuplikan dimasukkan dalam fase gerak dengan penyuntikan didalam kolom terjadi pemisahan komponen komponen campuran karena perbedaan kekuatan interaksi antara solute-solvent fase diam, solute yang kurang kuat interaksinya dengan fase diam akan keluar dari kolom terlebih dahulu, setiap komponen campuran yang keluar dideteksi dan detektor kemudian direkam dalam bentuk kromatogram.



Gambar 2.6 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) (De Lux, 2004)

Komponen penting dalam KCKT yaitu :

1. Wadah fase gerak

Wadah fase gerak terbuat dari bahan yang inert terhadap fase gerak. Bahan yang umum digunakan adalah gelas dan baja anti karat. Daya tampung tandon harus lebih besar dari 500 ml sehingga dapat digunakan selama 4 jam dengan kecepatan alir yang umumnya 1-2 ml/menit (De Lux, 2004).

2. Pompa

Fase gerak dalam KCKT adalah suatu cairan yang bergerak melalui kolom, ada dua tipe pompa yang digunakan dalam KCKT adalah kinerja konstan dan pemindahan konstan. Pemindahan konstan dibagi lagi menjadi dua yaitu pompa reciprocating dan pompa syringe, dimana pompa reciprocating menghasilkan suatu aliran yang teratur, oleh karena itu membutuhkan peredam elektronik untuk menghasilkan garis dasar detektor yang stabil, pompa syringe memberikan aliran yang tidak teratur tetapi reservoirnya terbatas (Johnson, 1991).

3. Injektor

Suatu sampel yang akan dimasukkan dalam bagian ujung kolom harus dengan distribusi yang minimum dari material kolom.

Ada tiga tipe dasar injektor yaitu (Mulja, 1995):

1. Perhentian aliran adalah aliran dihentikan, injeksi dilakukan pada kinerja atmosfer, sistem tertutup, dan aliran dilanjutkan lagi.
2. Septum adalah septum yang digunakan pada KCKT sama dengan yang digunakan pada kromatografi gas, injektor ini dapat digunakan sampai 60-70 atmosfer. Septum ini tidak bisa tahan lama dengan pelarut kromatografi cair.
3. Kran cuplikan adalah injektor yang umumnya digunakan untuk menginjek volume yang lebih besar dari 10 μ dan dilakukan dengan otomatis, dalam posisi LOAD sampel diisi kedalam loop pada kinerja atmosfer, bila VALVE difungsikan maka sampel akan masuk dalam kolom.

Ada tiga macam sistem injektor pada KCKT yaitu (Mulja, 1995) :

1. Injektor dengan memakai diafragma (septum)
2. Injektor tanpa septum
3. Injektor dengan pipa dosis
4. Kolom

Kolom adalah jantung kromatogram, berhasil atau tidaknya suatu analisis tergantung pada pemilihan kolom dan kondisi percobaan yang sesuai, kolom dapat dibagi menjadi dua yaitu :

1. Kolom analitik adalah kolom dengan diameter dalam 2-6 mm, dengan panjang kolom tergantung pada jenis material pengisi kolom. Untuk kemasan pellicular, panjang yang digunakan adalah 50-100 cm untuk kemasan poros mikropartikel 10-30 cm.
2. Kolom preparatif adalah kolom yang memiliki diameter 6 mm atau lebih besar dengan panjang kolom 25-100 cm. Kolom umumnya terbuat dari stainless steel dan dioperasikan pada temperatur kamar, ada juga digunakan pada temperatur yang lebih tinggi terutama untuk kromatografi penukar ion dan kromatografi eksklusi. Penetapan kolom tergantung pada model KCKT yang digunakan.

5. Detektor

Detektor dibutuhkan untuk mendeteksi adanya komponen sampel di dalam kolom dan menghitung kadarnya, detektor yang baik memiliki sensitifitas yang tinggi, gangguan yang rendah, kisaran respon linear yang luas dan memiliki respon untuk semua tipe senyawa (Johnson, 1991).

Detektor yang umumnya digunakan oleh KCKT adalah detektor UV 254 nm dengan variabel panjang gelombang dapat digunakan untuk mendeteksi banyak senyawa dengan range yang lebih luas.

Ada tiga detektor lain yang bisa digunakan yaitu :

- a. Detektor fluorometer-detektor spektrofotometer massa
- b. Detektor ionisasi nyala-detektor refleksi indeks
- c. Detektor elektrokimia-detektor reaksi kimia

Detektor dalam KCKT dapat digolongkan menjadi dua macam yaitu :

1. Detektor tipe G (general) yang digunakan untuk mendeteksi zat secara umum, tidak bersifat spesifik dan tidak bersifat selektif.
2. Detektor tipe S (selektif) untuk mendeteksi komponen dengan spesifik dan selektif.

6. Integrator

Integrator adalah alat yang mengubah tanda-tanda listrik dari detektor menjadi kromatogram sekaligus menghitung luas kromatogram yang dibentuk secara elektronik (De Lux , 2004).

7. Rekorder

Hasil pemisahan kromatografi biasanya ditampilkan dalam bentuk kromatogram pada rekorder. Waktu retensi selalu konstan dari setiap kondisi kromatografi yang sama dan dapat digunakan untuk identifikasi atau analisis kualitatif. Luas puncak proporsional dengan konsentrasi senyawa dalam sampel yang diinjeksikan sehingga dapat digunakan untuk menghitung konsentrasi senyawa dalam sampel pada analisis kuantitatif. Senyawa yang berbeda memiliki waktu retensi yang berbeda. Waktu retensi bervariasi dan tergantung pada (De Lux, 2004).

- a. Panjang kolom, jenis dan ukuran partikel material fase diam.

- b. Jenis, komposisi dan pH fase gerak.
- c. Temperatur kolom, tekanan pompa dan laju alir.

8. Elusi gradien

Elusi gradien adalah sebagai penambah kekuatan fase gerak selama analisis kromatografi berlangsung, efeknya adalah mempersingkat waktu retensi dari senyawa senyawa yang tertahan kuat pada kolom. Adapun keuntungan dari elusi gradien adalah total waktu analisis dapat direduksi, resolusi persatuan waktu setiap senyawa dalam campuran bertambah, ketajaman *peak* bertambah, dan efek sensitifitas bertambah karena sedikit variasi pada *peak*.

9. Fase gerak

Dalam kromatogram cair terdiri dari pelarut atau fase gerak adalah salah satu dari variabel yang mempengaruhi pemisahan, ada beberapa sifat umum yang sangat disukai yaitu fase gerak harus murni tidak terdapat kontaminasi, tidak bereaksi dengan wadah, sesuai dengan detektor, melarutkan sampel, memiliki viskositas rendah, bila diperlukan memudahkan sampel *recovery*, diperoleh dengan harga murah.

Umumnya semua pelarut yang sudah digunakan langsung dibuang karena prosedur pemurniannya kembali. Dilihat dari jenis fase diam dan fase gerak, kromatogram cair kinerja tinggi (kolomnya) dibedakan menjadi dua yaitu (Mulja, 1995) :

a. Kolom fase normal

Kromatografi dengan kolom konvensional dimana fase diamnya normal yang bersifat polar, misalnya silika gel, sedangkan fase geraknya bersifat non polar.

b. Kolom fase terbalik

Kromatografi dengan kolom yang fase diamnya bersifat non polar dan fase geraknya bersifat polar kebalikan dari fase normal. Keuntungan dari kolom fase terbalik yaitu senyawa yang polar akan lebih mudah pemisahannya pada kromatografi fase terbalik, senyawa yang mudah terionkan (ionik) yang tidak terpisahkan pada kromatografi fase normal akan dapat dipisahkan pada

kromatografi fase terbalik, dengan kromatografi fase terbalik, air dapat digunakan sebagai salah satu komponen pada pelarut pengembang campuran.



BAB III

METODOLOGI

3.1 Alat

Alat yang digunakan dalam Praktik Kerja Lapangan ini adalah :

1. Labu ukur
2. Neraca analitik tipe Precisa xb 220A
3. Pipet volume
4. Ultrasonik tipe Branson dan Elmasonik
5. KCKT tipe Shimadzu

3.2 Bahan

Pereaksi yang digunakan adalah :

1. Metanol 60%
2. Dapar fosfat ($K_2HPO_4 + KH_2PO_4$)
3. Metanol pro KCKT
4. Larutan baku natrium benzoat, natrium sakarin, dan aspartam

3.3 Prosedur Kerja

3.3.1 Pembuatan Larutan Standar Natrium Benzoat, dan Natrium Sakarin

Sebanyak 10 mg standar Na-benzoat, dan Na-sakarin ditimbang dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan metanol 60% sampai tanda batas. Sebanyak 5 mL larutan standar Na-benzoat, dan Na-sakarin, dimasukkan dalam labu ukur 50 ml, kemudian diencerkan dengan metanol 60% sampai tanda batas. Sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 mL larutan standar masing masing dimasukkan dalam labu ukur 10 mL. Larutan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan disaring dengan kertas saring milipore 0,45 μ m, kemudian udara dihilangkan dengan ultrasonik.

3.3.2 Pembuatan Larutan Standar Aspartam

Sebanyak 10 mg standar aspartam ditimbang dan dimasukkan dalam labu ukur 100 mL, kemudian diencerkan dengan fase gerak sampai tanda batas. Sebanyak 5 mL larutan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan fase gerak sampai tanda batas. Sebanyak 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 mL larutan standar dimasukkan dalam labu ukur 10 mL. Larutan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan disaring dengan kertas saring milipore 0,45 μm , kemudian dihilangkan udara dengan ultrasonik.

3.3.3 Preparasi Sampel Natrium Benzoat, dan Natrium Sakarin

Sebanyak 2 gram contoh ditimbang dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan metanol 60% sampai tanda batas. Sebanyak 2 mL larutan masing masing dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan disaring dengan kertas saring milipore 0,45 μm , kemudian udara dihilangkan dengan ultrasonik.

3.3.4 Preparasi Sampel Aspartam

Sebanyak 2 gram contoh ditimbang dan dimasukkan dalam labu ukur 50 mL, kemudian diencerkan dengan fase gerak sampai tanda batas. Sebanyak 2 mL larutan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL, kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan disaring dengan kertas saring milipore 0,45 μm , kemudian udara dihilangkan dengan ultrasonik.

3.3.5 Cara Penetapan

3.3.5.1 Penetapan Sakarin dan Benzoat

Larutan uji dan larutan standar disuntikkan masing masing secara terpisah dan dilakukan dengan kondisi kromatografi cair kerja tinggi sbb:

kolom : baja tahan karat 150 mm x 4,6 mm, C18
fase gerak : metanol : dapar fospat 6,8 (60:40)
laju alir : 1 mL/menit
detektor : UV pada panjang gelombang 225 nm
volume penyuntikan : 20 μL

3.3.5.2 Penetapan Aspartam

Larutan uji dan larutan standar disuntikkan masing masing secara terpisah dan dilakukan dengan kondisi kromatografi cair kerja tinggi sbb:

- kolom : baja tahan karat 150 mm x 4,6 mm, C18
fase gerak : dapar natrium hidrogen fosfat (pH 2,6) : asetonitril
(60:40)
laju alir : 1 mL/menit
detektor : UV pada panjang gelombang 210 nm
volume penyuntikan : 20 μ L



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Larutan Standar dan Sampel

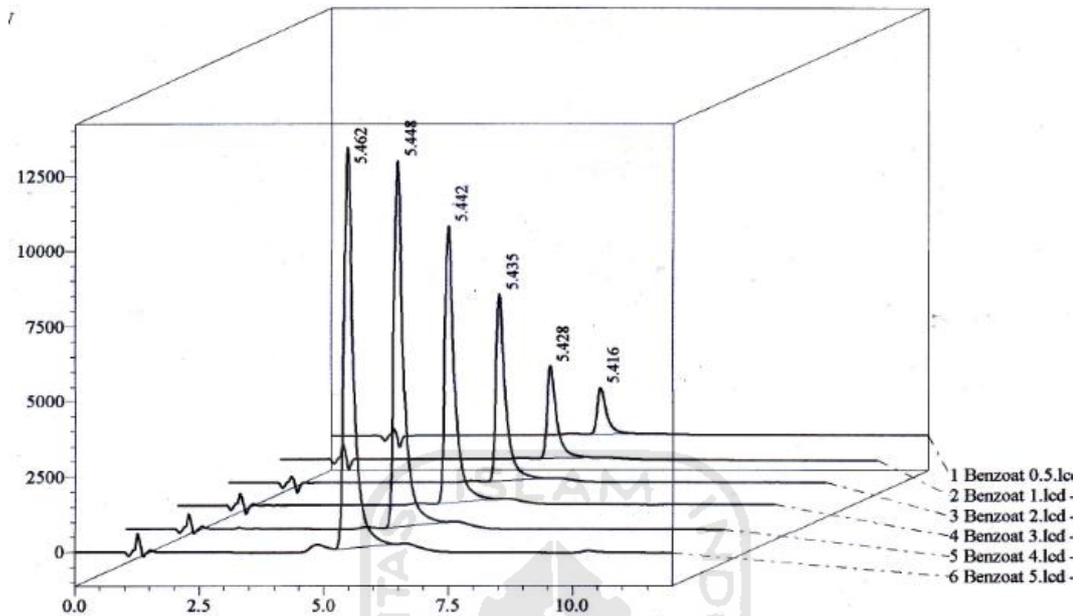
Analisis di bidang pengujian yang banyak menggunakan perbandingan antara larutan standar dan sampel atau contoh. Analisis kualitatif dan kuantitatif dengan alat Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) umumnya digunakan untuk membandingkan antara hasil pengamatan standar dengan sampel. Analisis kualitatif dengan KCKT dapat ditinjau dari perbandingan waktu retensi, sedangkan untuk analisis kuantitatif dapat dihitung berdasarkan data pengamatan luas puncak larutan standar atau larutan baku dengan sampel. Hasil pengamatan yang akurat juga tidak terlepas dari prosedur dan proses selama melakukan preparasi larutan standar atau baku dan sampel.

Preparasi larutan standar benzoat, natrium sakarin, dan aspartam dilakukan dengan cara yang sama yaitu dengan melarutkan ke dalam metanol, sedangkan aspartam dilarutkan dalam fase gerak. Dipilihnya metanol dan fase gerak sebagai pelarut karena standar yang digunakan dan sampel yang dianalisis memiliki karakteristik kepolaran yang sama dengan metanol dan fase gerak. Selain itu juga fase gerak yang digunakan pada pengujian juga menggunakan metanol pada pengujian natrium benzoat, dan natrium sakarin.

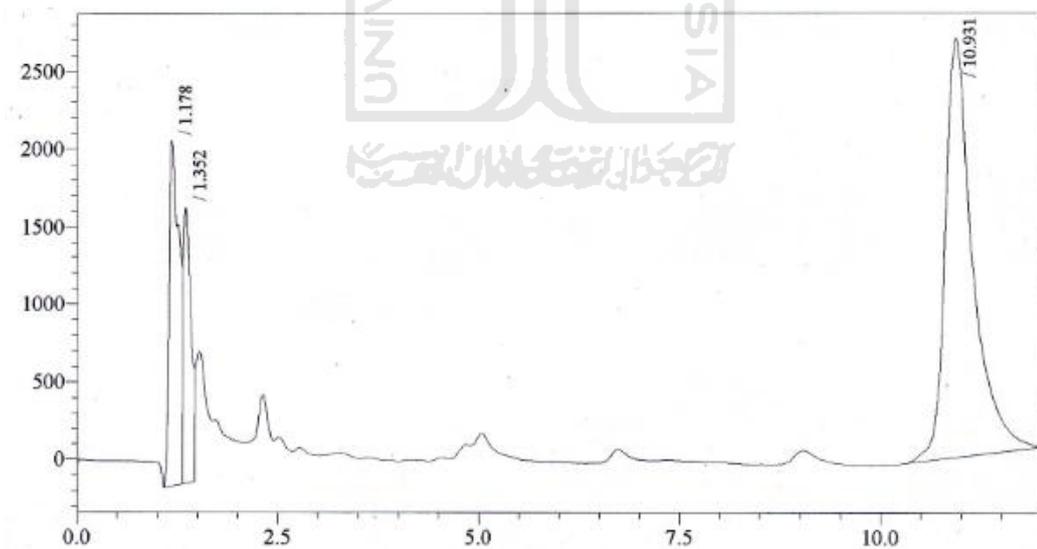
Analisis kuantitatif yang digunakan pada pengujian zat aditif memakai model regresi linear atau kurva kalibrasi. Model tersebut dipakai karena sudah lazim untuk pengujian di bidang kimia analisis. Analisis dengan menggunakan KCKT dapat dibuat grafik regresi linear dengan sumbu mendatar (x) adalah kadar atau konsentrasi sedangkan sumbu vertikal (y) adalah luas area. Indikator yang menunjukkan kurva kalibrasi yang baik jika nilai korelasi (r) atau koefisien korelasi (r^2) mempunyai nilai mendekati ± 1 . Nilai r dan r^2 yang baik jika preparasi larutan standar juga baik.

Praktik Kerja Lapangan di Balai POM Mataram dibuat variasi konsentrasi larutan standar benzoat dan sakarin adalah 0,5; 1; 2; 3; 4; dan 5 mL diencerkan dengan akuades dan disaring dengan kertas saring milipore 0,45 μm dan

kromatogram untuk larutan standar natrium benzoat dan sampel dapat dilihat melalui Gambar 4.1 dan 4.2



Gambar 4.1 Kromatogram Larutan Standar Natrium Benzoat



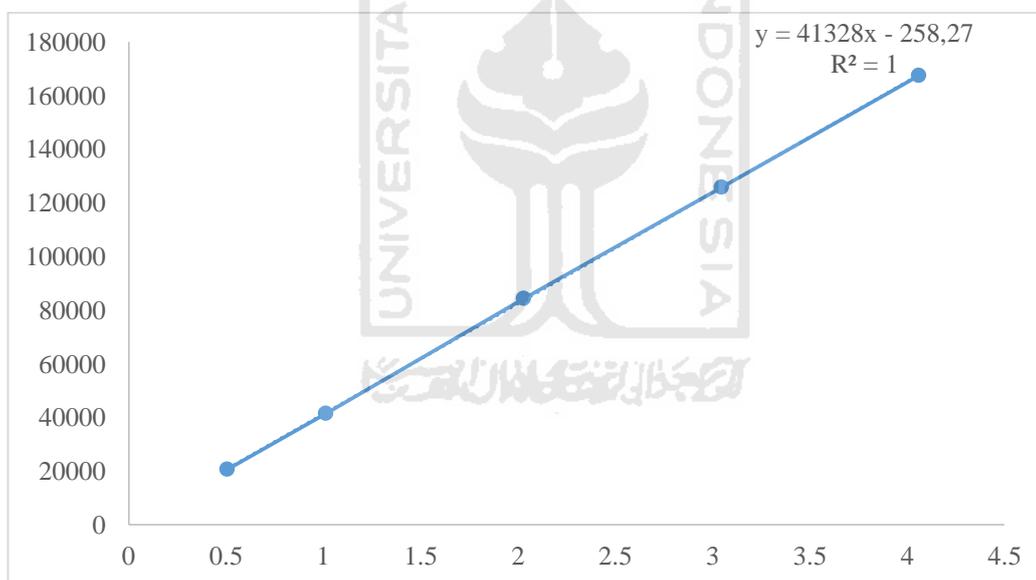
Gambar 4.2 Kromatogram Sampel Makanan

Dari Gambar 4.1 terlihat data hasil pengamatan waktu retensi untuk larutan standar yaitu pada waktu retensi ke 5,4 menit. Adapun data pengamatan dari larutan baku benzoat dari hasil kromatogram dapat disajikan melalui Tabel 4.1

Tabel 4.1 Larutan Standar Natrium Benzoat

No	Konsentrasi (ppm)	Luas area
1	0,5	20578
2	1	41513
3	2	84224
4	3	125766
5	4	167386

Data Tabel 4.1 merupakan hasil dari kromatogram standar sehingga dapat dibuat kurva kalibrasi untuk menentukan konsentrasi sampel adapun kurva kalibrasi sebagaimana yang terdapat di dalam Gambar 4.3



Gambar 4.3 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Natrium Benzoat

Dari Gambar 4.3 dapat memberikan informasi tentang persamaan garis lurus $y = 41328x - 258,27$ dengan $R^2 = 1$. Nilai y adalah luas area dan x adalah konsentrasi. Berdasarkan persamaan garis lurus tersebut dapat dihitung nilai limit deteksi (LOD) dari pengujian natrium benzoat. Adapun hasil perhitungan LOD pada natrium benzoat sebesar 0,152. Hasil pengujian natrium benzoat pada berbagai sampel dapat dilihat melalui Tabel 4.2

Tabel 4.2 Hasil Pengujian Natrium Benzoat

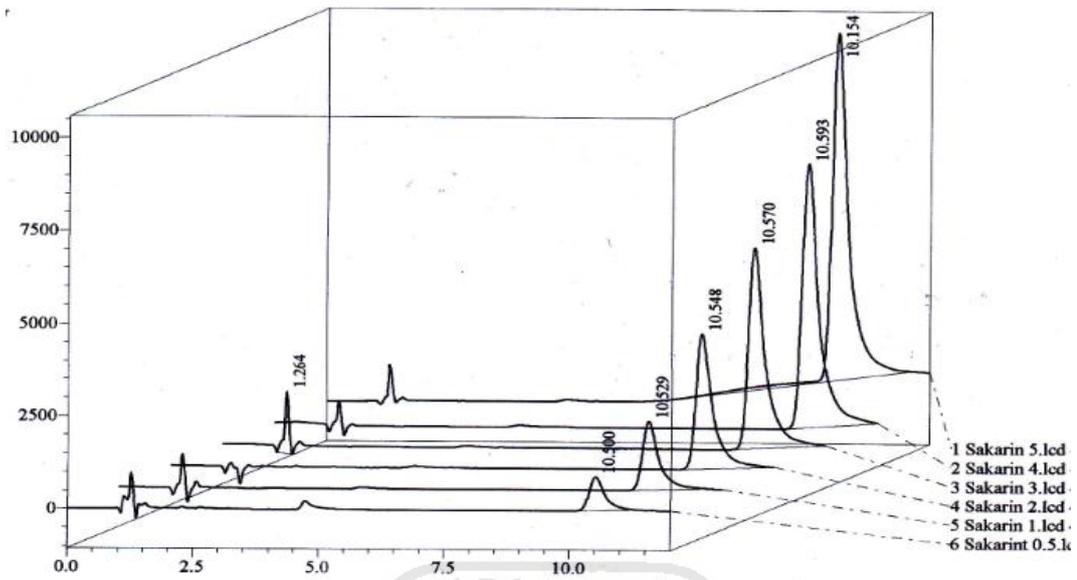
No	Kode sampel	Waktu retensi*	Luas area*	Kadar Natrium Benzoat (mg/kg)
1	Ekstrudat 50	-	-	-
2	Ekstrudat 51	-	-	-
3	Ekstrudat 53	-	-	-
4	Ekstrudat 55	-	-	-

*waktu retensi dan luas area ditentukan yang berdekatan dengan standar natrium benzoat

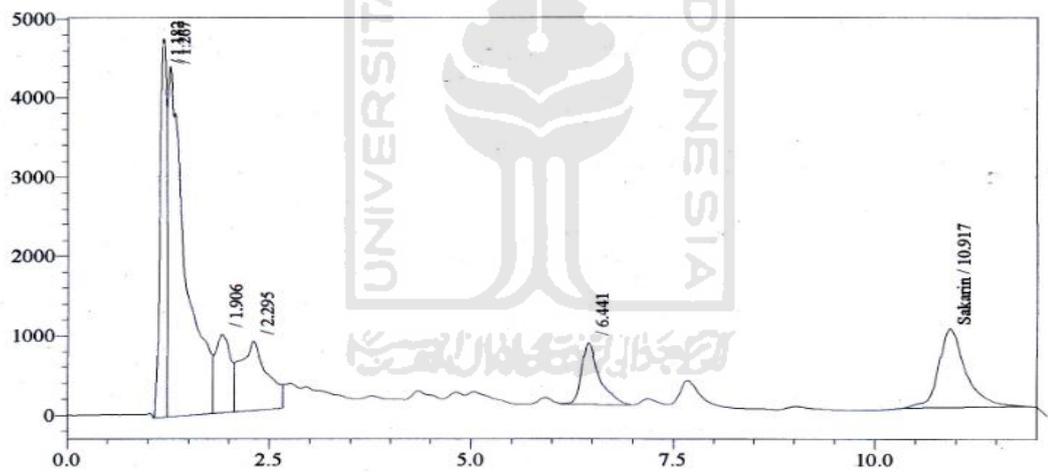
Berdasarkan hasil dari kromatogram sampel yang dianalisis menggunakan KCKT semua sampel tidak terdeteksi adanya pengawet natrium benzoat di dalam kromatogram, adapun hasil kromatogram sampel dapat dilihat dalam Gambar 4.2, sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel yang dianalisis tidak mengandung adanya pengawet benzoat di dalam sampel makanan dan minuman tersebut. Benzoat merupakan salah satu pengawet yang diizinkan oleh departemen kesehatan untuk digunakan pada makanan, batas penggunaan asam benzoat beserta garam-garamnya pada minuman ringan dan kecap adalah 600 mg/kg, sedangkan dalam sari buah, saus, jelly, manisan dan makanan lainnya adalah 1000 mg/kg, menurut Permenkes RI No.722/Menkes/Per/IX/88.

4.2.2 Pengujian Natrium Sakarin

Sakarin merupakan bahan pemanis tambahan yang sengaja ditambahkan dalam makanan atau minuman untuk memberikan rasa manis yang lebih. Sakarin secara luas digunakan sebagai pengganti gula karena mempunyai sifat yang stabil, nilai kalorinya rendah, dan harganya relatif murah. Sakarin termasuk pemanis yang sangat penting perannya dan biasanya dijual dalam bentuk garam Na atau Ca. Data pengamatan kromatogram untuk analisis standar natrium sakarin dan sampel dapat dilihat melalui Gambar 4.4 dan 4.5



Gambar 4.4 Kromatogram Larutan Standar Natrium Sakarin



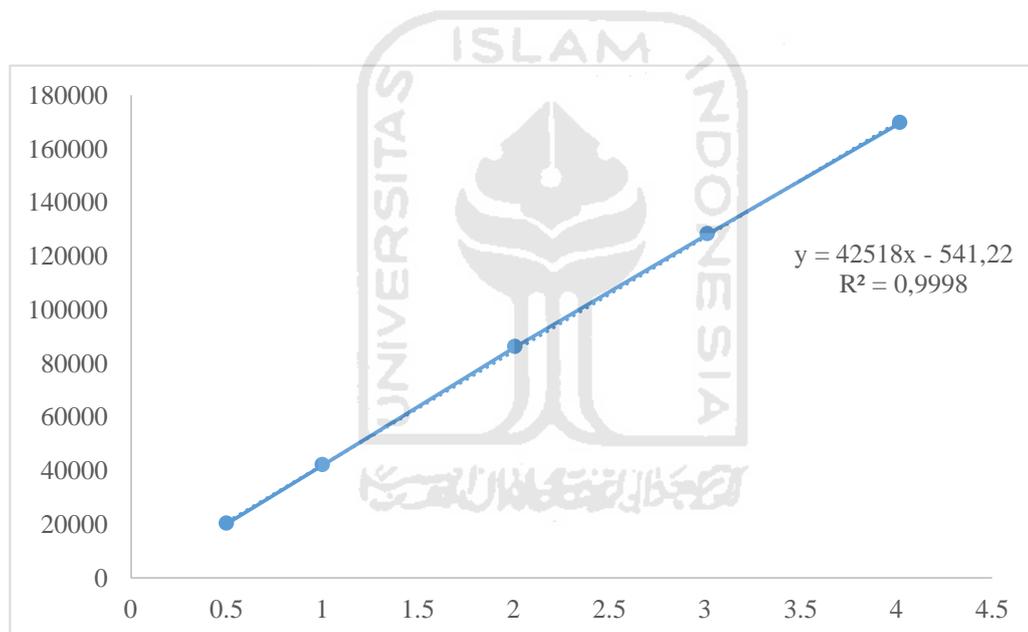
Gambar 4.5 Kromatogram Sampel Makanan

Gambar 4.4 dan 4.5 dapat dilihat hasil pengamatan waktu retensi dan luas area dari larutan standar natrium sakarin dan sampel. Adapun data pengamatan dari larutan baku natrium sakarin dari hasil kromatogram dapat disajikan dalam Tabel 4.3

Tabel 4.3 Larutan Standar Natrium Sakarin

No	Konsentrasi (ppm)	Luas area
1	0,5	20241
2	1	42016
3	2	85997
4	3	128102
5	4	169649

Berdasarkan data pada tabel diatas dapat dibuat kurva kalibrasi sebagaimana ditunjukkan dalam Gambar 4.6



Gambar 4.6 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Natrium Sakarin

Kurva kalibrasi tersebut dapat memberikan informasi mengenai persamaan garis lurus $y = 42518x - 541,22$ dengan $R^2 = 0,9998$. Berdasarkan persamaan garis lurus tersebut dapat dihitung nilai limit deteksi (LOD), adapun nilai LOD pada pengujian natrium sakarin sebesar 0,0782 yang artinya batas minimum alat untuk mendeteksi senyawa yang ada dalam sampel masih bagus untuk digunakan. Hasil pengujian natrium sakarin pada berbagai sampel dapat dilihat melalui Tabel 4.4

Tabel 4.4 Hasil Pengujian Natrium Sakarin

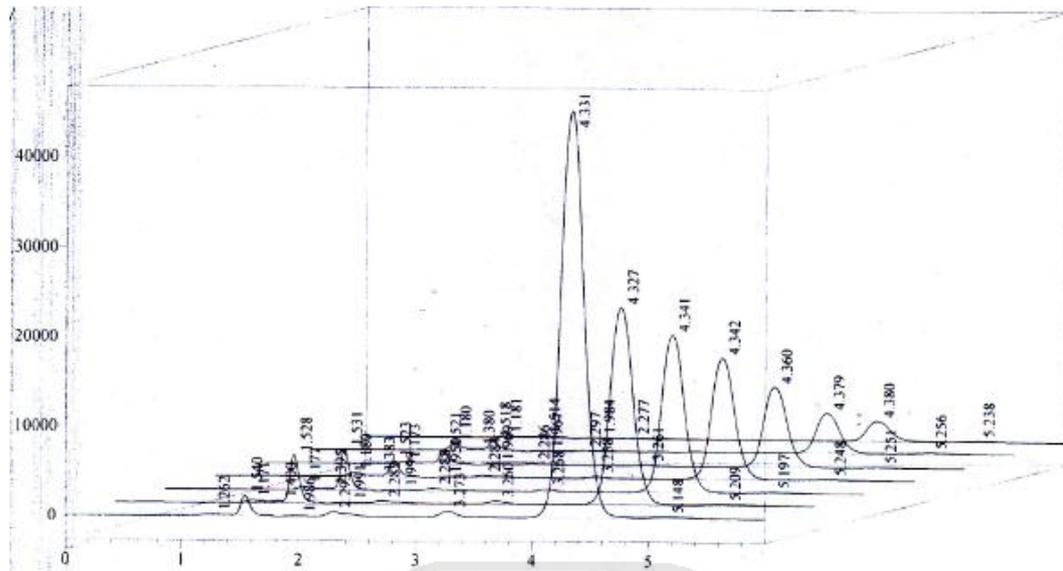
No	Kode sampel	Waktu retensi*	Luas area*	Kadar Natrium Sakarin (mg/kg)
1	Ekstrudat 50	10,561	11426	33,406
2	Ekstrudat 51	10,565	15162	45,852
3	Ekstrudat 53	10,917	23229	69,137
4	Ekstrudat 55	10,931	64242	178,68

*waktu retensi dan luas area ditentukan yang berdekatan dengan standar natrium sakarin

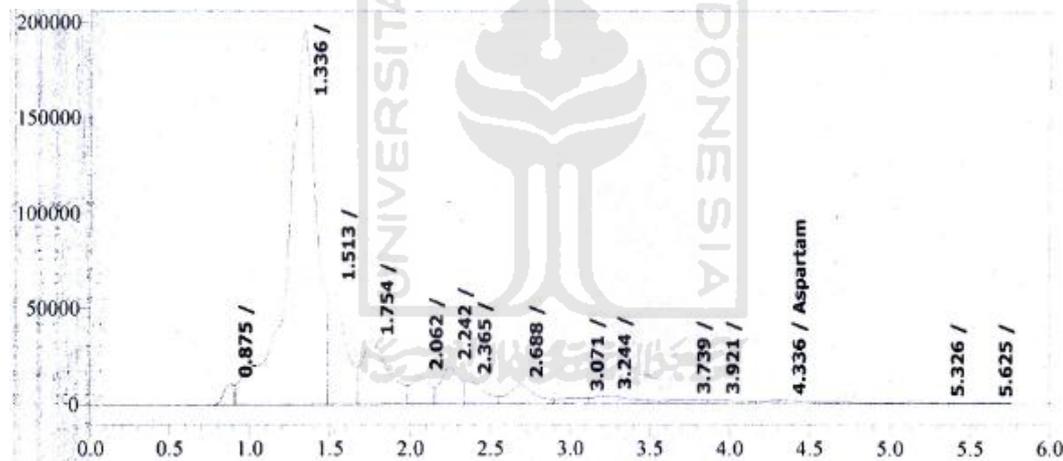
Hasil pengujian pada Tabel 4.4 memperlihatkan kadar natrium sakarin dalam sampel makanan. Keempat sampel makanan yang dianalisis mengandung pemanis buatan natrium sakarin. Adapun kadar natrium sakarin melebihi batas maksimum yang ditetapkan yaitu pada sampel ekstrudat 50 yaitu 178,68 mg/kg, sedangkan batas maksimum yang ditetapkan oleh SNI 01-6993-2004 yaitu 100 mg/kg. Walaupun penggunaannya diperbolehkan di dalam makanan tetapi jika dikonsumsi terus menerus tidak baik bagi kesehatan

4.2.3 Pengujian Aspartam

Aspartam adalah pemanis buatan dari golongan gula non-sakarida. Aspartam salah satu pemanis buatan yang memiliki daya manis 180-200 kali dari sukrosa, aspartam biasanya sering digunakan dalam minuman bersoda. Aspartam bersifat tidak stabil dalam suhu tinggi, jika dipanaskan secara berlebihan, pemanis tersebut terdekomposisi dan hilang rasa manisnya. Data pengamatan kromatogram untuk analisis standar aspartam dan sampel dapat dilihat melalui Gambar 4.7 dan 4.8



Gambar 4.7 Kromatogram Larutan Standar Aspartam



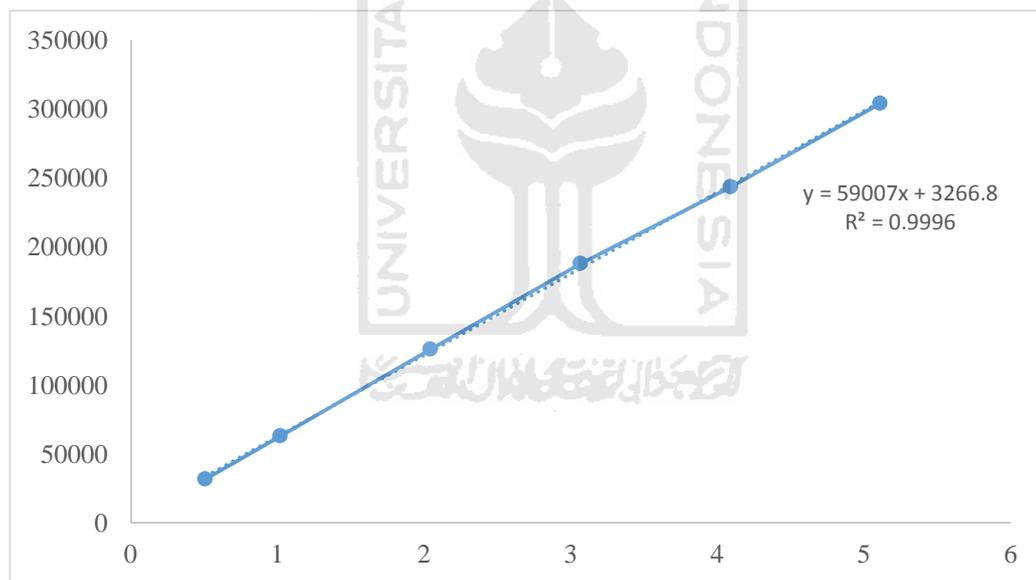
Gambar 4.8 Kromatogram Sampel Minuman

Berdasarkan Gambar 4.8 didapat hasil kromatogram dari pengamatan dengan menggunakan KCKT. Adapun hasil yang didapat yaitu waktu retensi dan luas area dari larutan standar aspartam dan sampel. Adapun data pengamatan hasil dari kromatogram dapat disajikan dalam Tabel 4.5

Tabel 4.5 Larutan Standar Aspartam

No	Konsentrasi (ppm)	Luas area
1	0,5	31747
2	1	62792
3	2	125892
4	3	187698
5	4	243369
6	5	303747

Berdasarkan Tabel 4.5 maka dapat dibuat persamaan kurva kalibrasi larutan standar dengan luas area sebagaimana dalam Gambar 4.9



Gambar 4.9 Kurva Kalibrasi Larutan Standar Aspartam

Dari kurva kalibrasi pada Gambar 4.9 didapat informasi persamaan garis lurus $y = 59007x + 3266,8$ dengan $R^2 = 0,9996$. Persamaan garis lurus tersebut dapat digunakan untuk mencari kadar aspartam yang terkandung di dalam sampel dan dapat menghitung nilai LOD. Hasil LOD yang pada aspartam sebanyak 0,650 yang berarti tingkat sensitifitas alat mendeteksi adanya aspartam masih bagus untuk digunakan . Berdasarkan data pada kromatogram Gambar 4.8 terlihat

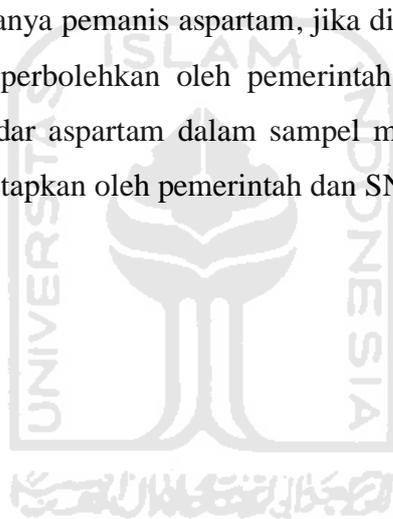
adanya waktu retensi yang sama antara standar aspartam dengan sampel. Adapun hasil pengujian dari aspartam pada berbagai sampel dapat dilihat dalam Tabel 4.6

Tabel 4.6 Hasil Pengujian Aspartam

No	Kode sampel	Waktu retensi*	Luas area*	Kadar aspartam (mg/kg)
1	Ekstrudat 17	-	-	-
2	Ekstrudat 51	4,336	38392	70,342

*waktu retensi dan luas area ditentukan yang berdekatan dengan standar aspartam

Dari Tabel 4.6 dapat dilihat kadar aspartam yang terkandung di dalam sampel minuman sebesar 70,341 mg/kg yang berarti sampel minuman yang dianalisis mengandung adanya pemanis aspartam, jika dilihat dari penggunaannya batas maksimum yang diperbolehkan oleh pemerintah dan SNI 01-6993-2004 yaitu 600 mg/kg. Jadi kadar aspartam dalam sampel minuman masih di bawah batas maksimum yang ditetapkan oleh pemerintah dan SNI.



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Pengawet natrium benzoat tidak ditemukan dalam sampel makanan, sedangkan natrium sakarin dan aspartam masing masing kadarnya adalah ekstrudat 50 yaitu 33,406 mg/kg; ekstrudat 51 yaitu 45,852 mg/kg; ekstrudat 53 yaitu 69,137 mg/kg; ekstrudat 55 yaitu 178,68 mg/kg dan ekstrudat 51 yaitu 70,342 mg/kg.
2. Kadar pengawet natrium benzoat memenuhi PERMENKES NO: 722/MENKES/PER/IX/88 yaitu 100 mg/kg.
3. Kadar pemanis natrium sakarin pada sampel makanan yaitu ekstrudat 55 tidak memenuhi standar SNI 01-6993-2004 karena melebihi ambang batas yaitu 100 mg/kg, sedangkan untuk aspartam memenuhi standar SNI 01-6993-2004.

5.2 Saran

Penentuan kadar natrium benzoat, natrium sakarin, dan aspartam dianalisis dengan menggunakan instrumen lain dan hasilnya dibandingkan dengan hasil pengujian menggunakan KCKT.

DAFTAR PUSTAKA

- Aminuddin, 1998. Kimia Nutrisi dan Metode Dengan Pemakaian Secara Klinis. Penerbit Universitas Indonesia. Jakarta.
- Badan Standarisasi Nasional, 2004. Bahan Tambahan Pangan Pemanis Buatan. SNI 01-6993-2004. Jakarta
- BPOM, 2008. Pengujian mikrobiologi pangan. Jakarta: Pusat Pengujian Obat dan Makanan Badan Pengawasan Obat dan Makanan Republik Indonesia.
- Cahyadi, wisnu, 2006. Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan, Jakarta: PT Bumi Aksara.
- De Lux, P.E. (2004). Kromatogram Cair Kinerja Tinggi dalam Bidang Farmasi. Medan: USU digital library. [diakses 20 oktober 2010]. Dikutip dari: http://library.usu.ac.id/download/farmasi-effendy_2.pdf
- Desrosier, N.W. 1988. Teknologi Pengawetan Pangan. Penerbit Universitas Indonesia. Jakarta
- Departemen Kesehatan R.I. 1995. Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan, Farmakope Indonesia Edisi III, Jakarta
- Gold, M. 1995. The Bitter Truth About Artificial Sweeteners. *Nexus Magezine*. 2(8): 23-30.
- Grenby, T.H. 1997. Dental Aspects of the use of Sweeteners. *Pure & Appl. Chem.* 69(4): 709-714.
- Johnson, E.L. 1991. Dasar Kromatografi Cair. Institut Teknologi Bandung. Bandung.
- Kroes R, Muller D, Lambe J, Lowik, MRH, van Klaveren J, Kleiner J, Massey R, Mayer S, Urieta I, Verger P and Visconti A. 2002. Assessment of intake from the diet. *Food and Chemical Toxicology*, 40 (2-3), 327-385.
- Lindsay, S. 1992. High Performance Liquid Chromatography. Second edition. John Wiley & Sons. New York.
- Mulja, M. 1995. Analisis Instrumental, Penerbit Institut Teknologi Bandung. Bandung
- Monte, W.C. 1984. Aspartame: methanol and the public health. *J. Appl. Nutr.* 36: 42-53.
- Oktavianti, R., Harini, M., dan Handajani, N.S. 2005. Struktur histologis hepar mencit setelah pemberian aspartame secara oral. *Enviro*. 5(1): 30-33.
- PERMENKES NO: 722/MENKES/PER/IX/88. Tentang Bahan Tambahan Makanan Menteri Kesehatan Republik Indonesia. Jakarta
- Ranney, R.E., Opperman, J.A., Muldoon, E. & McMahon, F.G. 1976. Comparative metabolism of aspartame in experimental animals and humans. *J Toxicol Environ Health*, 2(2), 441-51.
- Soffriti, M., Fiorella, B., Davide, D.E., and Luca, L. 2005. Aspartame induces lymphomas and leukemias in rats. *Eur. J. Oncol.* 10(2): 1-11.
- Stegink, L.D., Filer, L.J., Bell, E.F., Ziegler, E.E., Brummel, M.C., and Tephly, T.R. 1989. Effect of repeated ingestion of aspartame-sweetened beverage on plasma amino acid, blood methanol, and blood formate concentration in normal adults. *Metabolism*. 38(4): 357-63

- Sudarmadji,S. 1989. Analisis Bahan Makanan dan Pertanian, Edisi Pertama. Cetakan 1. Liberty Yogyakarta
- Vallvey, L.F.C., Valencia, M.C., and Nicolas, E.A. 2004. Flow-through spectrophotometric sensor for the determination of aspartame in low calorie and dietary products. *Anal. Scien.* 20: 1437-1442.
- Wilga.
2001.<http://www.indonesia.com/intisari/2001/feb/Makanan20kemasan.htm>.
[28 Agustus 2011)
- Winarno, F.G. 1997. *Kimia Pangan dan Gizi*. PT Gramedia Pustaka Utama. Jakarta
- Wisnu, C. 2006. *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Penerbit Bumi Aksara. Jakarta
- Yuliarti, N. 2007. *Awas! Bahaya Lezatnya di Balik Makanan*. Penerbit Andi, Yogyakarta



LAMPIRAN

A. Penentuan Kadar Na-Benzozat, Na-Sakarín dan Aspartam

1. larutan baku benzoat

Konsentrasi		
(ppm)	Waktu retensi	Luas area
0,5	5,416	20578
1	5,428	41513
2	5,435	84224
3	5,442	125766
4	5,448	167386

Linieritas dari larutan baku dengan luas area didapat persamaan garis lurus sebesar $y = 41328 x - 258,27$ dengan nilai $R^2 = 1$

Karena hasil pengukuran dengan menggunakan KCKT tidak terlihat dalam kromatogram, jadi hasil sampel tidak dapat ditampilkan.

2. larutan baku sakarin

Konsentrasi		
(ppm)	Waktu retensi	Luas area
0,5	10,500	20241
1	10,529	42016
2	10,548	85997
3	10,570	128102
4	10,593	169649

Dibuat kalibrasi dengan persamaan :

$$y = bx + a$$

dimana y = absorbansi

b = konsentrasi

x = slope

a = intersep

dari data diatas didapat persamaan $y = 42518x - 541,22$, $R^2 = 0,9998$

Data sampel sakarin

Bobot sampel			
Jenis sampel	(gram)	Waktu retensi	Luas area
Ekstrudat 50	2,1044	10,561	11426
Ekstrudat 51	2,0135	10,565	15162
Ekstrudat 53	2,0217	10,917	23229
Ekstrudat 55	2,0673	10,931	64242

Penentuan kadar dengan menggunakan rumus :

$$\text{kadar} = \frac{cps \times f}{w}$$

dimana cps = kadar dari persamaan garis lurus $y = bx + a$

f = faktor pengenceran

w = berat sampel (mg)

1. persamaan garis untuk natrium sakarin ekstrudat 50

$$y = 42518x - 541,22$$

$$11426 = 42518x - 541,22$$

$$11426 + 541,22 = 42518x$$

$$11967,22 = 42518x$$

$$x = 0,2812 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{kadar} &= \frac{\text{cps} \times f \times 0,05 \text{ L}}{w} \\ &= \frac{0,2812 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 5 \times 0,05 \text{ L}}{2,1044 \text{ g}} \\ &= \frac{0,0703 \text{ mg}}{2,1044 \text{ g}} \\ &= \frac{0,0703 \text{ mg}}{0,0021044 \text{ kg}} \\ &= 33,406 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

2. persamaan garis untuk natrium sakarin ekstrudat 51

$$y = 42518x - 541,22$$

$$15162 = 42518x - 541,22$$

$$15162 + 541,22 = 42518x$$

$$15703,22 = 42518x$$

$$x = 0,3693 \text{ mg/L}$$

$$\begin{aligned} \text{kadar} &= \frac{\text{cps} \times f \times 0,05 \text{ L}}{w} \\ &= \frac{0,3693 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 5 \times 0,05 \text{ L}}{2,0135 \text{ g}} \\ &= \frac{0,0923 \text{ mg}}{2,0135 \text{ g}} \\ &= \frac{0,3693 \text{ mg}}{0,0020135 \text{ kg}} \\ &= 45,852 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

3. persamaan garis untuk natrium sakarin ekstrudat 53

$$y = 42518x - 541,22$$

$$23229 = 42518x - 541,22$$

$$23229 + 541,22 = 42518x$$

$$23770,22 = 42518x$$

$$x = 0,5591 \text{ mg/L}$$

$$\text{kadar} = \frac{\text{cps} \times f \times 0,05L}{w}$$

$$= \frac{0,5591 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 5 \times 0,05L}{2,0217 \text{ g}}$$

$$= \frac{0,1397 \text{ mg}}{2,0217 \text{ g}}$$

$$= \frac{0,1397 \text{ mg}}{0,0020217 \text{ kg}}$$

$$= 69,137 \text{ mg/kg}$$

4. persamaan garis untuk natrium sakarin ekstrudat 55

$$y = 42518x - 541,22$$

$$64242 = 42518x - 541,22$$

$$64242 + 541,22 = 42518x$$

$$64783,22 = 42518x$$

$$x = 1,4766 \text{ mg/L}$$

$$\text{kadar} = \frac{\text{cps} \times f \times 0,05L}{w}$$

$$= \frac{1,4766 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \times 5 \times 0,05L}{2,0673 \text{ g}}$$

$$= \frac{0,3694 \text{ mg}}{2,0673 \text{ g}}$$

$$= \frac{0,3694 \text{ mg}}{0,0020673 \text{ kg}}$$

$$= 178,68 \text{ mg/kg}$$

3. larutan baku aspartam

Konsentrasi		
(ppm)	Waktu retensi	Luas area
0,5	4,380	31747
1	4,379	62792
2	4,360	125892
3	4,342	187698
4	4,341	243369
5	4,327	303747

Persamaan garis lurus larutan baku aspartam adalah $y = 59007x + 3266,8$,
 $R^2 = 0,9996$

Data sampel aspartam

Jenis sampel	Berat sampel		Waktu retensi	Luas area
	(gram)			
Ekstrudat 51	2,1156		4,336	38392

1. Penentuan kadar aspartam :

$$y = 59007x + 3266,8$$

$$38392 = 59007x + 3266,8$$

$$38392 - 3266,8 = 59007x$$

$$35125,2 = 59007x$$

$$x = 0,59527 \text{ mg/L}$$

$$\text{kadar} = \frac{cps \times fx \times 0,05L}{w}$$

$$= \frac{0,59527 \frac{mg}{L} \times 5 \times 0,05L}{2,1156 \text{ g}}$$

$$= \frac{0,1488 \text{ mg}}{2,1156 \text{ g}}$$

$$= \frac{0,1488 \text{ mg}}{0,0021156 \text{ kg}}$$

$$= 70,342 \text{ mg/kg}$$

B. Penentuan Limit Deteksi (LOD)

1. Limit deteksi (LOD) Na-Benzoat

Konsentrasi

larutan baku

(mg/L)	Luas area	Yi	Y-Yi	(Y-Yi) ²
0,5	20578	20360,27	217,27	47206,2529
1	41513	41069,73	443,73	196896,3129
2	84224	82397,73	1826,27	3335262,113
3	125766	123725,73	2040,27	4162701,673
4	167386	165053,73	2332,27	5439483,353
				$\Sigma x = 13181549,70$
				48

$$Y = 41328x - 258,27$$

$$SD = \frac{\sqrt{\Sigma(y-y)^2}}{n-2} = \frac{\sqrt{13181549,7048}}{5-2} = \frac{\sqrt{13181549,7048}}{3} = 2096,1512$$

$$LOD = \frac{3 \times SD}{\text{slope}} = \frac{3 \times 2096,1512}{41328} = 0,1521$$

2. Limit deteksi (LOD) Na-Sakarin

Konsentrasi larutan				
baku (mg/L)	Luas area	Yi	Y-Yi	(Y-Yi)²
0,5	20241	20717,78	-476,78	227319,17
1	42016	41976,78	39,22	1538,21
2	85997	84494,78	1502,22	2256664,93
3	128102	127012,78	1089,22	1186400,21
4	169649	169530,78	118,22	13975,99
				$\Sigma x = 3685898,51$

$$Y = 42518x - 541,22$$

$$SD = \frac{\sqrt{\Sigma(y-y)^2}}{n-2} = \frac{\sqrt{3685898,51}}{5-2} = \frac{\sqrt{3685898,51}}{3} = 1108,437$$

$$LOD = \frac{3 \times SD}{\text{slope}} = \frac{3 \times 1108,437}{42518} = 0,0782$$

3. Limid Deteksi (LOD) Aspartam

Konsentrasi larutan standar				
(mg/L)	Luas area	Yi	Y-Yi	(Y-Yi)²
0,5	31747	26236,7	5510,3	30363406,09
1	62792	55740,2	7051,8	49727883,24
2	125892	114747,2	11144,8	124206567,04
3	187698	173754,2	13943,8	194429558,4
4	243369	232761,2	10607,8	112525420,8
5	303747	291768,2	11978,8	143491649,4
				$\Sigma x = 654744484,6$

$$Y = 59007x + 3266,8$$

$$SD = \frac{\sqrt{\Sigma(y-y)^2}}{n-2} = \frac{\sqrt{654744484,6}}{6-2} = \frac{\sqrt{654744484,6}}{4} = 12793,988$$

$$LOD = \frac{3 \times SD}{\text{slope}} = \frac{3 \times 12793,988}{59007} = 0,650$$