

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR PEMANIS
SIKLAMAT DALAM SIRUP MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE
DI LABORATORIUM KESEHATAN DAERAH
DKI JAKARTA**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh
derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) Analisis Kimia
Program Studi DIII Analisis Kimia**



Disusun oleh:

**Aisyah Nur Aini
NIM: 17231039**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR PEMANIS
SIKLAMAT PADA SIRUP MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE DI LABORATORIUM
KESEHATAN DAERAH DKI JAKARTA**

*VALIDATION METHOD OF CYCLAMATE SWEETENER IN SIRUP USING
UV-VISIBLE SPECTROPHOTOMETRY AT LABORATORIUM
KESEHATAN DAERAH DKI JAKARTA*



Disusun oleh:

**Aisyah Nur Aini
NIM: 17231039**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR PEMANIS
SIKLAMAT DALAM SIRUP MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE DI LABORATORIUM
KESEHATAN DAERAH DKI JAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Aisyah Nur Aini
NIM: 17231039

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indonesia
pada tanggal 25 Agustus 2020

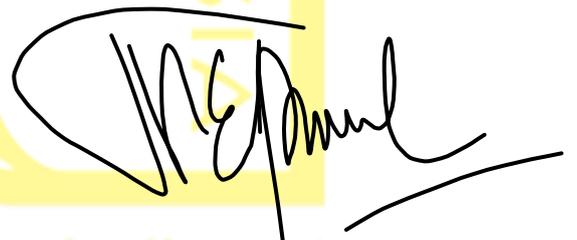
Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing



Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.
NIK. 132311102



Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.
NIK. 132311102

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR PEMANIS
SIKLAMAT DALAM SIRUP MENGGUNAKAN
SPEKTROFOTOMETRI UV-VISIBLE DI LABORATORIUM
KESEHATAN DAERAH DKI JAKARTA**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

**Aisyah Nur Aini
NIM: 17231039**

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 25 Agustus 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/ Penguji



**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.
NIK. 132311102**

Penguji I



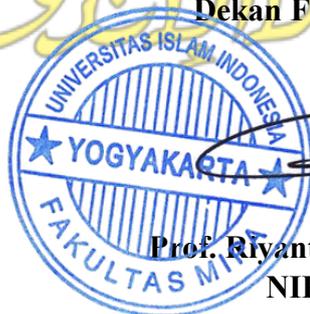
**Ganjar Fadillah, S.Si., M.Si.
NIK. 182310101**

Penguji II



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

**Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UH**



**Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.
NIK. 006120101**

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak pernah terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Sains 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. Saya memperbolehkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Yogyakarta, 25 Agustus 2020

Penyusun,



Aisyah Nur Aini

MOTTO

“Dunia ini ibarat bayangan. Kalau kamu berusaha menangkapnya, ia akan lari. Tapi kalau kamu membelakanginya, ia tak punya pilihan selain mengikutimu.”

(Ibnu Qayyim Al Jauziyah)

“Seseorang bertindak tanpa ilmu ibarat bepergian tanpa petunjuk. Dan sudah banyak yang tahu kalau orang seperti itu kiranya akan hancur, bukan selamat.”

(Hasan Al Bashri)

“ilmu pengetahuan itu bukanlah yang dihafal, melainkan yang memberi manfaat.”

(Imam Syafi'i)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Sujud serta syukur kepada Allah SWT selalu penulis panjatkan atas Rahmat dan Hidayah-Nya yang tak terhingga sehingga memberikan penulis petunjuk dan pengalaman dalam menuntut ilmu-ilmu baru dalam hidup penulis. Sehingga penulis dapat menyelesaikan masa kuliah di program studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII dan laporan akhir yang sederhana ini. Tak lupa pula sholawat serta salam penulis kirimkan kepada kekasih-Nya Nabi Muhammad SAW.

Dengan Rahmat Allah yang Maha Pengasih Lagi Maha Penyayang. Kupersembahkan Karya sederhana ini kepada orang yang sangat kusayangi. Bapak Ngupoyo, Ibu Titik Nur Wiyanti, kakakku Annisa Perwita Sari sebagai tanda cinta dan terimakasih karena telah memberiku dukungan, pengorbanan, dan kasih sayang yang tiada hentinya.

Dosen dan staff Program Studi DIII Analisis Kimia UII yang penulis Hormati, terimakasih yang sebesar-besarnya telah banyak memberikan ilmu, wawasan, dan bekal untuk langkah selanjutnya.

Terakhir, jazakumullah khairan untuk seluruh keluarga DIII Analisis Kimia 2017 Kalianlah yang selama ini memberikan motivasi disaat lelah, menjadi penghibur disaat sedih itu datang. mengingatkanku ketika aku salah, selalu sabar memberiku nasehat untuk menjadi pribadi yang lebih baik.

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Warahmatullahi Wabarakatuh.

Alhamdulillah, Puji syukur kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya, shalawat dan salam senantiasa tercurah kepada nabi agung Muhammad SAW dan para sahabat yang senantiasa istiqomah menjalankan agama-Nya. Berkat pertolongan dan rahmat Allah penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang menguraikan tentang “Validasi Metode Penentuan Kadar Pemanis Siklamat Pada Sirup Menggunakan Spektrofotometri UV-Visible di LABKESDA DKI Jakarta”.

Laporan Tugas Akhir disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan program pendidikan derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta. Selama proses penyusunan laporan ini penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan Laporan Tugas Akhir ini sangatlah sulit bagi penulis untuk menyelesaikannya. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Ibu Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia dan Dosen Pembimbing Tugas Akhir.
3. Ibu Reni Banowati, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Akademik.
4. Bapak Drs. Muhammad Anis, Apt selaku pembimbing lapangan di LABKESDA DKI Jakarta.
5. Seluruh Analis dan karyawan laboratorium Obat dan makanan LABKESDA DKI Jakarta
6. Dosen-dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII atas semua bantuan dan ilmu yang telah diberikan.

7. Kedua orang tua, saudara, teman-teman dan semua pihak yang telah terlibat memberikan dukungan baik moral maupun spiritual serta telah membantu dalam proses melaksanakan dan penyusunan laporan Tugas Akhir.

Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Oleh sebab itu, penulis mengharapkan kritik dan saran yang membangun demi terciptanya laporan yang lebih baik untuk kedepannya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat bagi penulis sendiri maupun semua pihak yang terkait.

Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, 25 Agustus 2020



Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PENGESAHAN.....	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
INTI SARI	xiv
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan	2
1.4 Manfaat	3
BAB II DASAR TEORI	4
2.1 Profil singkat LABKESDA DKI Jakarta	4
2.2 Natrium siklambat	5
2.3 Analisis siklambat dengan spektrofotometer UV-Visible	8
2.4 Parameter validasi metode	9
BAB III	15
3.1 Alat	15
3.2 Bahan	15
3.3 Cara Kerja	15
3.3.1 Pembuatan Larutan baku siklambat	15
3.3.2 Pembuatan H ₂ SO ₄ 30%	15
3.3.3 Pembuatan NaOH 0,5 N	15
3.3.5 Penentuan Kadar	16

3.3.6	Penentuan Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi.....	16
3.3.7	Penentuan Presisi	16
3.3.8	Penentuan Akurasi	16
3.3.9	Penentuan Estimasi ketidakpastian	17
3.3.10	Uji Perbandingan	18
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		19
4.1	Pengaruh koreksi blangko terhadap pengujian	19
4.2.1	Penentuan Kadar Siklamat.....	20
4.2.2	Uji Perbandingan	21
4.2	Parameter Validasi	22
4.2.1	Linieritas	22
4.2.2	Limit Deteksi dan Limit Kuantitasi	23
4.2.3	Presisi.....	24
4.2.4	Akurasi.....	25
4.2.5	Estimasi Ketidakpastian.....	26
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		29
5.1	Kesimpulan	29
5.2	Saran	30
DAFTAR PUSTAKA		31
LAMPIRAN		33

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1. Daftar nilai presisi berdasarkan konsentrasi contoh	12
Tabel 2.2. Daftar Nilai <i>Recovery</i> Berdasarkan Konsentrasi Contoh.....	13
Tabel 4.1. Data Perolehan Kadar Siklamat dalam Sirup.....	20
Tabel 4.2. Hasil uji perbandingan	21
Tabel 4.3. Data Kurva Kalibrasi	22
Tabel 4.4. Hasil LOD dan LOQ	23
Tabel 4.5. Hasil Presisi.....	24
Tabel 4.6. Hasil Akurasi.....	24
Tabel 2.7. Ketidakpastian Baku Konsentrasi	26

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur Kimia Siklalat	6
Gambar 2.2. Rangkaian alat Spektrofotometri UV-Visible	8
Gambar 4.1 Reaksi Siklalat	21
Gambar 4.2. Diagram estimasi ketidakpastian.....	26
Gambar 4.3. Diagram penyumbang ketidakpastian	27

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan larutan	35
Lampiran 2 Penentuan linieritas.....	37
Lampiran 3 Penentuan kadar Siklomat	39
Lampiran 4 Penentuan LOD dan LOQ	41
Lampiran 5 Penentuan presisi dan Akurasi.....	42
Lampiran 6 Penentuan estimasi ketidakpastian	44

VALIDASI METODE PENENTUAN KADAR PEMANIS SIKLAMAT PADA SIRUP MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETRI *UV-VISIBLE* DI LABKESDA DKI JAKARTA

Aisyah Nur Aini

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia
Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta
Email : aisyahnrai@gmail.com

INTISARI

Siklamat merupakan pemanis buatan yang diizinkan oleh pemerintah Indonesia, namun tidak boleh melebihi konsentrasi batas penggunaannya. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kadar siklamat dalam sirup dan pengaruh koreksi blangko terhadap nilai pengujian. Penentuan kadar siklamat dilakukan dengan metode spektrofotometri *UV-Visible* pada panjang gelombang maksimum 314 nm yang merupakan metode dari jurnal, sehingga perlu dilakukan validasi. Hasil penelitian menunjukkan bahwa rata-rata kadar pada ketujuh sampel sirup siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan koreksi blangko secara berurutan sebesar 163,15 mg/kg dan 163,08 mg/kg. Nilai presisi yang diperoleh kurang dari 2% sehingga pengulangan sampel dikatakan baik. Nilai *recovery* pada standar natrium siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan koreksi blangko yang didapat sebesar 84,50 % merupakan hasil yang baik karena berada pada rentang standar 85-105 %. Perbandingan hasil uji kadar siklamat metode tanpa koreksi blangko dan dengan koreksi blangko menggunakan uji t menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan namun penggunaan siklamat dalam sampel sirup memenuhi syarat berdasarkan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2014 yaitu 250-350 mg/kg

Kata kunci: siklamat, koreksi blangko, spektrofotometri *UV-Visible*, sirup

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Natrium Siklambat merupakan pemanis buatan yang memiliki tingkat kemanisan 30 kali dari sukrosa. siklambat sangat mudah diperoleh dengan harga yang relatif murah. hal ini mendorong produsen makanan dan minuman ringan untuk menggunakan pemanis sintetis tersebut didalam produknya. penggunaan pemanis tersebut terutama didasari pada alasan ekonomis karena harga gula pasir yang cukup tinggi, sedangkan tingkat kemanisan pemanis sintetis jauh lebih tinggi dari pada gula sehingga penggunaan cukup dalam jumlah sedikit, yang berarti mengurangi modal produksi (Cahyadi, 2008).

Penggunaan siklambat yang melebihi batas maksimum dapat menyebabkan gangguan kesehatan. mengkonsumsi siklambat dalam jangka pendek dapat menimbulkan gejala-gejala yang sangat umum seperti pusing, mual, muntah, diare atau kesulitan buang air besar. pengaruh penggunaan siklambat dalam jangka panjang masih menimbulkan kontroversi terkait aspek keamanannya yang berpotensi karsinogenik jika terkonversi menjadi sikloheksilamin di dalam saluran pencernaan. Paparan senyawa tersebut secara berulang-ulang dengan dosis tinggi dapat menyebabkan kerusakan hati dan ginjal (Cahyadi, 2008).

Penggunaan siklambat diatur dalam Peraturan BPOM Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2014 tentang batas maksimum penggunaan bahan tambahan pangan pemanis. Kadar siklambat yang diperbolehkan dalam produk minuman adalah sebesar 250-350 mg/kg (BPOM, 2014). umumnya pada tiap bahan pemanis terdapat nilai konsumsi perhari yang diijinkan atau lebih dikenal dengan ADI (*allowed daily intake*). Penggunaan pemanis siklambat mempunyai nilai ADI 11 mg/kg bb/hari, sedangkan nilai kalorinya 0 kkal/g atau setara dengan 0 kJ/g (Wibowotomo, 2010).

Metode koreksi blanko digunakan untuk mengoreksi kesalahan metode konstan, blank harus memperhitungkan sinyal dari setiap reagen dan pelarut yang digunakan dalam analisis, serta setiap bias yang dihasilkan dari interaksi antara analit dan matriks sampel. koreksi blanko dihitung dari mengurangi

sinyal kosong dari sinyal sampel sebelum memasuki kurva kalibrasi untuk menemukan konsentrasi sampel yang tidak diketahui. (Karl camman, 1982) sebagai dasar pengambilan keputusan hasil pengujian siklamat tanpa metode koreksi blangko dan dengan metode koreksi blangko keduanya dibandingkan dengan melakukan uji t. t-test digunakan dalam uji komprasi (uji beda), yaitu salah satu alat statistik yang memiliki tujuan untuk membandingkan antara dua kondisi yang sedang dianalisis berupa data berskala interval/rasio, apakah terdapat perbedaan yang signifikan atau tidak (Yulingga, 2017).

Validasi penentuan kadar siklamat menggunakan spektrofotometri UV-Visible dipilih pada penelitian ini karena spektrofotometri merupakan instrumen yang akurat dimana alat ini digunakan untuk mengukur transmisi reflektansi dan absorbansi dari cuplikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Selain itu apabila dilihat dari strukturnya, siklamat memiliki gugus kromofor. Gugus kromofor adalah gugus yang dapat menyerap atau mengabsorpsi sinar ultraviolet dan sinar tampak (Rohman, 2007). sehingga metode spektrofotometri ini dapat digunakan untuk menentukan kadar siklamat.

Spektrofotometri UV-Visible memiliki keunggulan, diantaranya dapat mengukur sampel pada konsentrasi yang kecil, serta volume sampel yang diukur juga kecil dan metode paling mudah dari segi preparasi sampel lalu pengujian yang dilakukan relatif cepat dibandingkan penggunaan metode lain . berdasarkan uraian tersebut semakin banyaknya penggunaan jenis pemanis sintetis natrium siklamat pada minuman merupakan salah satu alasan perlunya dilakukan validasi metode penentuan kadar pemanis siklamat pada sirup menggunakan spektrofotometer UV-Visible.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian dari latar belakang maka rumusan masalah yang dapat dijabarkan yaitu:

1. Apakah kadar pemanis siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan metode koreksi blangko dalam sirup menggunakan spektrofotometri UV-Visible sesuai dengan baku mutu?

2. Bagaimana pengaruh koreksi blangko terhadap nilai Validasi metode meliputi linieritas, LOD, LOQ, presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pada pengujian pemanis siklamat dalam sirup dengan spektrofotometri *UV-Visible* ?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai melalui praktik kerja lapangan ini yaitu:

1. Mahasiswa dapat mengetahui nilai kadar pemanis siklamat dalam sirup tanpa metode koreksi blangko dan dengan metode koreksi blangko dalam sirup menggunakan spektrofotometri *UV-Visible* dibandingkan dengan baku mutu.
2. Mahasiswa dapat mengetahui pengaruh koreksi blangko terhadap nilai validasi metode meliputi linieritas, LOD, LOQ, presisi, akurasi, dan estimasi ketidakpastian pada pengujian pemanis siklamat dalam sirup dengan spektrofotometri *UV-Visible*.

1.4 Manfaat

Penelitian diharapkan bisa berguna bagi masyarakat luas dan perusahaan sebagai data untuk mengetahui hasil dari uji kadar pemanis siklamat yang menggunakan spektrofotometri *UV-Visible* pada sampel sirup terutama di Laboratorium Kesehatan Daerah DKI Jakarta.

BAB II

DASAR TEORI

2.1 Profil Singkat Laboratorium Kesehatan Daerah DKI Jakarta

Laboratorium Kesehatan Daerah Provinsi DKI Jakarta pada awalnya merupakan Laboratorium Pengawas Doping Jakarta (*Jakarta Doping Control Laboratory*) yang didirikan untuk menunjang program pengembangan dan pembinaan prestasi olahraga di Indonesia dan membantu Komisi Anti Doping Indonesia dalam memutuskan keabsahan prestasi seorang atlet, menegakkan fair play, serta melindungi kesehatan atlet.

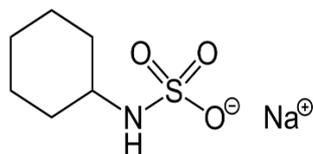
Tanggal 30 Agustus 1996, Gubernur Provinsi DKI Jakarta yang pada saat itu dipimpin oleh Bapak Surjadi Sudirja meresmikan Laboratorium Pengawasan Doping Jakarta dibawah pembinaan DR. Ray Kazlaukas (ASDLT, Sydney, Australia). Tugas Laboratorium Pengawasan Doping Jakarta yang ditetapkan dalam Keputusan Gubernur Provinsi DKI Jakarta No. 685 tahun 1997 tentang Organisasi dan Tata Kerja Laboratorium Pengawasan Doping DKI Jakarta yang pertama kali adalah pemeriksaan sampel doping atlet Pekan Olahraga Nasional (PON) ke-XIV, 9-25 September 1996 di Jakarta sebanyak 1135 sampel.

Laboratorium Pengawas Doping Jakarta yang dilengkapi dengan peralatan canggih serta sumber daya manusia yang handal merupakan satu-satunya laboratorium di Indonesia yang memiliki kemampuan khusus dalam memeriksa seorang atlet yang baru selesai mengikuti nomor final suatu kejuaraan cabang olahraga atau pada saat pelatihan, apakah menggunakan obat atau minuman yang bersifat doping, sehingga pemeriksaan laboratorium hanya untuk masyarakat olahraga. Untuk meningkatkan utilitas dan peranan laboratorium serta pengembangan laboratorium agar lebih luas fungsinya sehingga dapat menunjang Program Pemerintah Daerah Provinsi DKI Jakarta pada umumnya dan Program Dinas Kesehatan pada khususnya, maka Laboratorium Pengawas Doping Jakarta pada tahun 2002 dikembangkan menjadi Laboratorium Kesehatan Daerah yang merupakan Unit Pelaksana Teknis Dinas Kesehatan Provinsi DKI Jakarta berdasarkan Keputusan Gubernur Provinsi DKI Jakarta No. 106 Tahun 2002 tentang Pembentukan Organisasi dan Tata Kerja Unit Pelaksana Teknis di

Lingkungan Dinas Kesehatan Provinsi DKI Jakarta tertanggal 6 Agustus 2002. Dalam rangka mewujudkan praktek profesional yang baik dalam pelaksanaan pemeriksaan laboratorium sehingga seluruh hasil kerjanya terjamin mutunya dan dapat dipertanggungjawabkan, serta mengutamakan kepuasan pelanggan, Labkesda Provinsi DKI Jakarta mengimplementasikan SNI ISO/ IEC 17025:2008 (ISO/IEC 17025:2005) dan telah memperoleh Sertifikat Akreditasi No. LP-157-IDN pada tanggal 6 November 2002. Akreditasi Laboratorium Lingkungan dari SARPEDAL-BPLHD pada tanggal 11 Mei 2009. Untuk menjamin mutu pemeriksaan laboratorium, Laboratorium Kesehatan Daerah Provinsi DKI Jakarta ikut serta dalam Proficiency Test dari Komite Akreditasi Nasional (KAN), Program Nasional Pemantapan Mutu Eksternal dari Departemen Kesehatan RI, AUSTOX, Urine Toxicology Proficiency Programmed an Sample Control dan program pemantapan mutu internal.

2.2 Natrium Siklamat

Natrium Siklamat pertama kali ditemukan oleh Michael Sveda tahun 1937. Sejak tahun 1950 siklamat ditambahkan ke dalam makanan dan minuman (Cahyadi 2008). Siklamat merupakan nama grup yang meliputi senyawa kimia *cyclamic acid*, *sodium cyclamate*, dan *calcium cyclamate*, dengan rumus molekul $C_6H_{11}NHSO_3Na$. Siklamat merupakan bahan kimia sintetis yang dibuat dari cyclohexylamine melalui proses sulfonasi dari *chlorosulfonic acid* dan *sulfamic acid*, yang diikuti dengan netralisasi dengan hidroksida. nama lain siklamat dalam perdagangan dikenal dengan sebutan antara lain: *Assugrin*, *Sucaril* dan *Sucrosa* (Branen *et al.*, 1990). Rumus bangun natrium siklamat dapat dilihat pada gambar 2.1.



(Sumber : Wibowotomo, 2010)

Gambar 2.1. Struktur kimia natrium siklamat

Siklamat umumnya dalam bentuk garam kalsium, kalium, dan natrium siklamat. Garam siklamat berbentuk kristal putih, tidak berbau, tidak berwarna, dan mudah larut dalam air dan etanol. Sifat fisik siklamat tahan panas, sehingga sering digunakan dalam makanan yang diproses dalam suhu tinggi misalnya makanan dalam kaleng. Siklamat mempunyai tingkat kemanisan 30 kali dari gula. Rasa manis siklamat masih dapat dirasakan pada tingkat pengenceran 1 : 10 (dalam liter), meskipun memiliki tingkat kemanisan yang tinggi dan rasanya enak (tanpa rasa pahit) tetapi siklamat dapat membahayakan kesehatan.

Sifat fisikokimia beberapa senyawa siklamat antara lain asam siklamat mempunyai solubilitas cairan baik (1 g/7,5 ml) bersifat asam kuat dengan pH 10% larutan cair 0,8–1,6. Sodium dan kalsium siklamat bersifat elektrolit kuat, terionisasi dengan kuat dalam larutan encer, serta mempunyai sedikit kapasitas bufer. Garam siklamat dalam bentuk kristal mudah larut air (1 g/4–5 ml) pada konsentrasi jauh melebihi normal, serta mempunyai kelarutan terbatas dalam minyak dan pelarut non polar (Furia, 1980).

Siklamat stabil terhadap suhu tinggi dan suhu rendah serta mudah larut dalam air sehingga banyak digunakan sebagai pemanis non kalori dalam produk-produk minuman, *confectionery*, *dessert*, makanan diet, serta produk olahan buah sayur. Siklamat mempunyai intensitas kemanisan 30 kali sukrosa, tidak memberikan *after taste*, serta mempunyai efek sinergis pada penggunaan dengan sakarin pada perbandingan 10:1 (Furia, 1980).

Berdasarkan Peraturan BPOM Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2014 tentang batas maksimum penggunaan bahan tambahan pangan pemanis, kadar siklamat yang diperbolehkan dalam produk minuman adalah sebesar 250-350 mg/kg (Cahyadi, 2008).

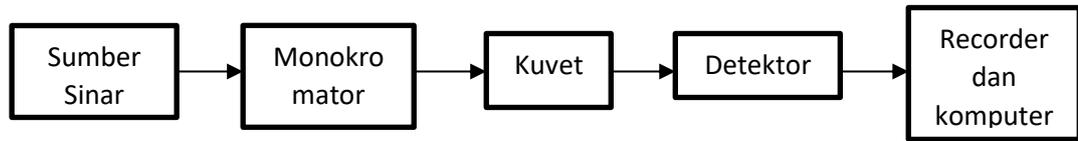
2.3 Spektrofotometri UV-Visible untuk analisis siklamat

Spektrofotometer UV-Visible adalah spektrofotometri gabungan antara spektrofotometer ultraviolet dan *visible*. Spektrofotometer UV-Visible digunakan dalam analisis kuantitatif. Metode ini digunakan pada sampel berwarna maupun tidak berwarna, Jangkauan panjang gelombang untuk daerah UV adalah 200-400

nm, dan jangkauan panjang gelombang untuk daerah *Visible* adalah 400-800 nm. Output yang dihasilkan berupa absorbansi proposional terhadap konsentrasi spesi absorban, dan tidak semua molekul dapat diserap radiasi UV.

Metode spektrofotometri UV-*Visible* dipakai untuk analisis molekul-molekul yang strukturnya terdapat ikatan rangkap terkonjugasi atau mengandung kromofor dan auksokrom. Kromofor merupakan semua gugus atau atom dalam senyawa organik yang mampu menyerap sinar ultraviolet dan sinar tampak. panjang gelombang maksimum juga dipengaruhi oleh pelarut dan struktur molekul kimia yang mengandung kromofor. pada molekul organik dikenal pula istilah auksokrom yang merupakan gugus fungsional yang mempunyai elektron bebas seperti: OH; -O. -NH₂; dan -OCH₃. terikatnya gugus auksokrom pada gugus kromofor akan mengakibatkan pergeseran pita absorpsi menuju panjang gelombang yang lebih besar (pergeseran batokromik) disertai peningkatan intensitas (pergeseran hiperkromik) (Rohman, 2007). dilihat dari strukturnya, natrium siklamat memiliki gugus auksokrom yaitu -OH; -NH dan gugus kromofor yaitu benzena; S=O pada panjang gelombang maksimum 210 nm. Sehingga metode spektrofotometri ini dapat digunakan untuk menentukan kadar siklamat.

Jenis spektrofotometer UV-Visible terbagi menjadi dua yaitu spektrofotometer UV-*Visible single beam* (berkas tunggal) yang terdiri dari satu berkas sinar yang dilewatkan melalui kuvet dan spektrofotometer UV-*Visible double beam*. Spektrofotometer UV-*Visible double beam* memiliki sumber sinar yang terbagi menjadi dua berkas cermin yaitu berkas pertama dari kuvet berisi blanko dan berkas kedua yang berisi larutan standar atau larutan sampel. kerja spektrofotometer UV-*Visible* dimulai dari sumber sinar yakni sinar polikromatis yang melewati monokromator, lalu sinar monokromatis dilewatkan melalui kuvet berisi larutan contoh maka akan menghasilkan sinar yang di transmisikan serta di terima oleh detektor untuk diubah menjadi energi listrik yang kekuatannya dapat diamati oleh detektor. Data yang dihasilkan dapat berupa absorbansi atau transmittansi.



Gambar 2.2. Rangkaian alat spektrofotometer UV-Visible (Monica, 2013).

Komponen spektrofotometer UV-Visible yaitu:

1. Sumber Sinar Alat ini memiliki dua fungsi yaitu untuk memberikan energi pada daerah panjang gelombang sesuai keinginan pengukuran dan mempertahankan intensitas sinar yang konstan selama pengukuran. Alat ini menggunakan 2 kombinasi sinar yaitu sinar tampak dan sinar ultra violet yang mana sinar tampak menggunakan lampu wolfram (320-2500 nm) serta lampu hydrogen atau deuterium (160 -375 nm).
2. Monokromator Monokromator adalah komponen yang digunakan untuk mengubah sinar polikromatis menjadi monokromatis.
3. Kuvet Kuvet (sel) merupakan tempat penyimpanan sampel yang akan diukur serapannya. Kuvet diletakkan pada jalan cahaya dari monokromator.
4. Detektor Detektor fungsinya sebagai pengubah energi cahaya menjadi energi listrik, energi cahaya yang ditransmisikan jatuh mengenai suatu besaran yang terukur.
5. Amplifier Sinyal listrik yang dihasilkan sangat lemah sehingga dibutuhkan amplifier agar sinyal dapat diukur. Amplifier ini berfungsi untuk menangkap isyarat masuk (input) dari rangkaian detektor dan melalui beberapa proses elektronik tertentu sehingga dapat menghasilkan suatu isyarat keluar (output) yang beberapa kali lebih besar dari isyarat masuk (input).
6. Record dan komputer Recorder dan computer berfungsi untuk membaca sinyal listrik yang dihasilkan pada detektor serta telah diperkuat arusnya oleh amplifier agar di konversikan ke dalam besaran absorbansi atau % transmittan.

2.4 Validasi Metode

Validasi metode analisis bertujuan untuk memastikan dan mengkonfirmasi bahwa metode analisis tersebut sudah sesuai untuk peruntukannya. Validasi biasanya diperuntukkan untuk metode analisa yang baru dibuat dan dikembangkan. sedangkan untuk metode yang memang telah tersedia dan baku (misal dari AOAC, ASTM, dan lainnya), namun metode tersebut baru pertama kali akan digunakan di laboratorium tertentu, biasanya tidak perlu dilakukan validasi, namun hanya verifikasi (Riyanto,2014). Beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode dibawah ini:

2.4.1 Linieritas

Linieritas adalah kemampuan (dalam rentang) metode analisis memberikan respon secara langsung atau bantuan transformasi matematik yang baik, untuk mendapatkan hasil dari variable data (absorbansi dan rentang kurva) dimana secara langsung proposional dengan konsentrasi (sesuai analit) dalam contoh kisaran yang ada, serta untuk mengetahui kemampuan standar dalam mendeteksi analit dalam contoh (Chown *et al.*, 2004). Artinya linieritas suatu metode digunakan untuk mengetahui kemampuan standar, sehingga dapat membuktikan adanya hubungan linier antara konsentrasi analit dengan respon detektor.

Uji linearitas dilakukan dengan suatu larutan baku yang terdiri atas minimal 5 konsentrasi yang naik dengan rentang 50-100% dari rentang komponen uji. Kemudian data diproses dengan menggunakan regresi linear, sehingga dapat diperoleh respon linier terhadap konsentrasi larutan baku dengan nilai koefisien korelasi diharapkan mendekati 1 atau diatas 0,995 untuk suatu metode analisis yang baik. Rentang metode adalah pernyataan konsentrasi terendah dan tertinggi analit yang mana metode analisis memberikan kecermatan, keseksamaan dan linearitas yang dapat diterima. Sebagai parameter adanya hubungan linear, digunakan koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linear $y=bx+a$. hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$ dan $r = +1$ atau -1 tergantung pada arah garis. Nilai a pada regresi linier menunjukkan kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan (Harmita, 2004).

2.4.2 *Limit of Detection (LOD)* dan *Limit of Quantitation (LOQ)*

limit of detection (LOD) merupakan jumlah atau konsentrasi terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi, namun tidak perlu diukur sesuai dengan nilai sebenarnya. *limit of quantitation* (LOQ) adalah jumlah analit terkecil dalam sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif pada tingkat ketelitian dan ketepatan yang baik. Limit kuantitas merupakan parameter pengujian kuantitatif untuk konsentrasi analit yang rendah dalam matriks yang kompleks dan digunakan untuk menentukan adanya pengotor atau degradasi produk. Limit deteksi dan limit kuantitasi dihitung dari rerata kemiringan garis dan simpangan baku intersep kurva standar yang diperoleh. Menurut Riyanto (2014), Cara menentukan LOD dan LOQ ada tiga cara, yaitu :

1. *Signal-to-noise*

Signal-to-noise dilakukan dengan mengukur *signal* berupa konsentrasi analit di setiap puncak. (Gupta dan Alankar, 2011). Kebisingan dapat ditentukan secara manual dengan antointegrator instrumen. LOD merupakan *signal to noise* rasio dari 3, sedangkan LOQ merupakan *signal to noise* rasio dari 10.

2. Blanko

Penentuan nilai LOD dan LOQ dengan metode blanko dapat dilakukan ketika nilai standar deviasi (SD) tidak nol. Nilai LOD pada sampel didapatkan dari nilai konsentrasi analit ditambah dengan tiga kali dari standar deviasi (SD), dan nilai LOQ didapatkan dari nilai konsentrasi analit ditambah dengan sepuluh kali dari standar deviasi (SD). Rumus Uji LOD dan LOQ:

$$\text{LOD} = X + 3.SD \quad (1)$$

$$\text{LOQ} = X + 10.SD \quad (2)$$

Dimana X merupakan konsentrasi rata-rata blanko, sedangkan SD merupakan standar deviasi dari blanko.

3. Kurva kalibrasi.

Penggunaan kurva kalibrasi untuk menentukan nilai LOD dan LOQ diperoleh dari persamaan regresi linier yang dapat diasumsikan dengan nilai y berhubungan dengan konsentrasi sebagai nilai x pada rentang nilai konsentrasi dengan rentang tertentu. Persamaan yang dihasilkan dari kurva kalibrasi sebagai berikut:

$$y = bx + a \quad (3)$$

Persamaan yang dihasilkan digunakan untuk menghitung sensitifitas dan nilai LOD dan LOQ dari perhitungan nilai standar deviasi yang dihasilkan. Sehingga penentuan nilai LOD dan LOQ yang dihasilkan dari kurva kalibrasi dapat dirumuskan:

$$\text{LOD} = \frac{3 \times s(y/x)}{b} \quad (4)$$

$$\text{LOQ} = \frac{3 \times s(y/x)}{b} \quad (5)$$

Dimana S_a merupakan nilai perhitungan dari standar deviasi yang dihasilkan dan nilai b merupakan nilai slope yang dihasilkan dari persamaan kurva kalibrasi.

2.4.3 Presisi

Presisi merupakan ukuran keterulangan metode analisis dan biasanya diekspresikan sebagai simpangan baku relatif dari sejumlah sampel yang berbeda signifikan secara statistik. Sesuai dengan ICH, presisi harus dilakukan pada 3 tingkatan yang berbeda yaitu:

1. Keterulangan yaitu ketepatan (precision) pada kondisi percobaan yang sama (berulang) baik orangnya, peralatannya, tempatnya, maupun waktunya.
2. Presisi antara yaitu ketepatan (precision) pada kondisi percobaan yang berbeda, baik orangnya, peralatannya, tempatnya maupun waktunya.
3. Ketertiruan merujuk pada hasil-hasil dari laboratorium yang lain.

Dokumentasi presisi seharusnya mencakup: simpangan baku, simpangan baku relatif (RSD), atau koefisien variasi (CV), dan kisaran kepercayaan. Pengujian presisi pada saat awal validasi metode seringkali hanya menggunakan 2 parameter yaitu: keterulangan dan presisi antara. Reprodusibilitas biasanya dilakukan ketika akan melakukan uji banding antar laboratorium (Rohman, 2007). Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan nilai simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) sebesar $<2\%$. Namun, kriteria ini fleksibel tergantung

konsentrasi analit yang dianalisis (APVMA, 2004). Berdasarkan Konsentrasi contoh ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel. 4.1. Daftar Nilai Presisi Berdasarkan Konsentrasi Contoh

Jumlah komponen terukur dalam sampel (x)	Tingkat presisi (y)
$x \geq 10\%$	$y \leq 2\%$
$1\% \leq x < 10\%$	$y \leq 2\%$
$0,1\% \leq x < 1\%$	$y \leq 10\%$
$x \leq 0,1\%$	$y \leq 20\%$

Sumber : (APVMA, 2004)

Uji presisi dilakukan pada pengujian untuk mengetahui kedekatan kesesuaian antara hasil uji yang satu dengan hasil yang lain yang merupakan *Relative Standar Devistion* (%RSD). Penentuan presisi dapat menggunakan persamaan berikut :

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (6)$$

Keterangan :

SD : standar deviasi

\bar{X} : nilai rata-rata

RSD : *Relative Standar Devistion*

Horwitz, Kamps, dan Boyer pada tahun 1980 menunjukkan bahwa berbagai analit menunjukkan hubungan antar koefisien rata-rata variasi (CV) dinyatakan sebagai kekuatan 2, dengan konsentrasi terukur dinyatakan dengan pangkat 10, independen dari metode yang menunjukkan. Hubungan antar koefisien rata-rata variasi (CV) dinyatakan dalam persamaan berikut:

$$\%RSD \%Horwitz = 2^{(1-0,5 \log C)} \quad (7)$$

Nilai C adalah konsentrasi analit yang dinyatakan sebagai fraksi massa berdimensi. Fraksi massa berdimensi menunjukkan oembilang dan penyebut memiliki satuan yang sama (Riyanto, 2014).

2.4.4 Akurasi

Akurasi merupakan ketelitian metode analisis atau kedekatan antara nilai terukur dengan nilai yang diterima baik nilai konvensi, nilai sebenarnya atau nilai rujukan. Akurasi diukur sebagai banyaknya analit yang diperoleh kembali pada suatu pengukuran dengan melakukan spiking pada suatu sampel. Untuk pengujian senyawa obat, akurasi diperoleh dengan membandingkan hasil pengukuran dengan bahan rujukan standar (Standar reference material, SRM). Untuk mendokumentasikan akurasi, ICH merekomendasikan pengumpulan data dari 9 kali penetapan kadar dengan 3 konsentrasi yang berbeda (misal 3 konsentrasi dengan 3 kali replikasi). Data harus dilaporkan sebagai persentase perolehan kembali (Rohman, 2007)

Cara pengolahan data akurasi dapat dilakukan dengan beberapa Metode salah satunya Metode penambahan standar (*standard addition method*) *Recovery* yang ditentukan dengan cara sampel dianalisis lalu sejumlah analit yang diperiksa (standar atau *pure* analit) ditambahkan kedalam sampel kemudian dianalisis kembali. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya. Jika analit yang ditambahkan mengganggu pengukuran, contohnya menyebabkan kekurangan pereaksi dan mengubah pH, maka metode ini tidak dapat digunakan (Riyanto, 2014) Penentuan *recovery* dapat menggunakan persamaan berikut:

$$\%Recovery = \frac{C_1 - C_2}{C_S} \times 100\% \quad (8)$$

Keterangan :

C_1 : konsentrasi dari analit dalam contoh ditambah analit (mg/L)

C_2 : konsentrasi dari analit dalam contoh (mg/L)

C_S : konsentrasi analit yang ditambahkan kedalam contoh (mg/L)

Terdapat beberapa kesalahan yang diizinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks, yaitu sebagai berikut :

Tabel 2.2. Daftar Nilai *Recovery* Berdasarkan Konsentrasi Contoh

Analit pada matriks sampel (A)	<i>Recovery</i> yang diterima (%)
$10 < A \leq 100\%$	98-102
$1 < A \leq 10\%$	97-103
$0,1 < A \leq 1\%$	95-105
$0,001 < A \leq 0,1 \%$	90-107
$100 \text{ ppb} < A \leq 1 \text{ ppm}$	80-110
$10 \text{ ppb} < A \leq \text{ppb}$	60-115
$1 \text{ ppb} < A \leq \text{ppb}$	40-120

Sumber : (Harmita, 2004)

2.4.5 Ketidakpastian Pengukuran

Prosedur estimasi ketidakpastian pengukuran harus dipenuhi dan diterapkan di laboratorium pengujian atau kalibrasi. Sumber-sumber ketidakpastian dapat berasal dari sampling, preparasi contoh, peralatan, instrumen, kesalahan acak dan sistematis, serta personil. Estimasi ketidakpastian dalam analisa kimia ditentukan dengan cara *fishbone* (Pramono,2014).

Ketidakpastian(μ) adalah suatu parameter yang menetapkan rentang nilai yang di dalamnya terdapat nilai benar (true value). Ketidakpastian memadukan semua kesalahan yang diketahui menjadi suatu rentang tunggal. Nilai ketidakpastian ditunjukkan dengan tanda “ \pm ”. Contoh suatu hasil pengukuran dinyatakan dengan $X \pm U$ unit, maka rentang hasil pengukuran tersebut adalah $X-U$ sampai $X+U$. Menghitung rentang tersebut dikenal sebagai pengukuran ketidakpastian (*uncertainty measurement*) (Pramono,2014).

Estimasi ketidakpastian merupakan indikator yang dapat digunakan untuk menentukan kehandalan atau kapabilitas suatu laboratorium pengujian atau kalibrasi. Ketidakpastian menunjukkan bahwa Laboratorium tersebut sudah memperhitungkan faktor kesalahan dalam penentuan nilai *true value* (nilai benar). Ketidakpastian juga digunakan untuk mengevaluasi unjuk kerja laboratorium-laboratorium uji yang ikut dalam uji profisiensi.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Alat

Alat yang digunakan yaitu: Spektrofotometri UV-Visible, kuvet, neraca analitik, spatula, corong pisah 100 mL, pipet ukur 10 mL, labu ukur 25 mL dan 500 mL, dan beaker glass 100 mL.

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu: Sirup, Standar Na Siklomat, H₂SO₄ 30% (Merck,96%), C₆H₁₂ (Merck 99,99%), NaOCl (Merck, 12%), NaOH 0,5 N (Merck, 98%), akuades dan kertas seka.

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Pembuatan Larutan Baku Siklomat 4000 mg/L

Seratus mg standar Na siklomat dimasukkan kedalam labu ukur 25 mL, lalu dilarutkan dengan akuades hingga tanda batas, dinding labu ukur diseka dan gojog hingga homogen. pindahkan larutan kedalam botol reagen dan diberi label.

3.3.2 Pembuatan Larutan H₂SO₄ 30 %

Sebanyak 156,25 mL asam sulfat pekat 96 % dimasukkan kedalam Labu ukur 500 mL yang berisi ± 100 mL akuades, Lalu dilarutkan dengan akuades hingga tanda batas dinding labu ukur diseka dan gojog hingga homogen. tunggu hingga dingin dan pindahkan larutan kedalam botol reagen dan diberi label.

3.3.3 Pembuatan larutan NaOH 0,5 N

Sepuluh gram kristal NaOH ditimbang kemudian dimasukkan kedalam gelas beaker 250 mL, lalu dilarutkan dengan akuades ± 100 mL, dipindahkan larutan ke dalam labu ukur 500 mL lalu ditambahkan dengan akuades hingga tanda batas, dinding labu ukur diseka dan gojog hingga homogen. pindahkan larutan kedalam botol reagen dan diberi label.

3.3.4 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan baku Siklomat 4000 mg/L dibuat deret standar dengan konsentrasi 0 mg/L; 100 mg/L; 200 mg/L; 300 mg/L; 400 mg/L; 500 mg/L, pengenceran dilakukan dengan rumus :

$$V_1.C_1 = V_2.C_2 \quad (8)$$

masing-masing dipipet sebanyak 0 mL; 0,25 mL; 0,50 mL; 0,75 mL; 1 mL; 1,25 mL ke dalam Corong pisah yang telah berisi akuades 25mL, lalu ditambahkan 5 mL H₂SO₄ 30%, 10 mL C₆H₁₂ dan 2 mL NaOCl, ekstrasi selama 2 menit. lapisan C₆H₁₂ (fase atas) akan berwarna kuning. lapisan bawah dibuang, lapisan C₆H₁₂ (fase atas) ditambahkan dengan 25 mL NaOH 0,5 N, ekstrasi selama 2 menit. fase bawah dibuang. fase atas ditambahkan dengan 25 mL aquades, ekstrasi selama 2 menit. fase bawah dibuang, fase atas dimasukkan ke dalam tabung ulir 10 mL. Masing – masing larutan seri kurva kalibrasi diukur dengan dengan panjang gelombang maksimum 314 nm.

3.3.5 Penentuan Kadar Siklomat pada Sirup

5 gram sampel sirup ditimbang ke dalam gelas beaker sebanyak 7 kali, masing – masing sampel dilarutkan dengan akuades 25mL, lalu ditambahkan 5 mL H₂SO₄ 30%, 10 mL C₆H₁₂ dan 2 mL NaOCl, ekstrasi selama 2 menit. lapisan C₆H₁₂ (fase atas) akan berwarna kuning. lapisan bawah dibuang, lapisan C₆H₁₂ (fase atas) ditambahkan dengan 25 mL NaOH 0,5 N, ekstrasi selama 2 menit. fase bawah dibuang. fase atas ditambahkan dengan 25 mL aquades, ekstrasi selama 2 menit. fase bawah dibuang, fase atas dimasukkan ke dalam tabung ulir 10 mL. Masing – masing larutan sampel diukur dengan dengan panjang gelombang maksimum 314 nm. Perhitungan kadar sampel ditentukan dengan rumus :

$$\text{Kadar (mg/Kg)} = \frac{\text{Konsentrasi (mg/L)} \times \text{Volume (mL)}}{\text{Bobot penimbangan (gram)}} \times \text{FK} \quad (9)$$

3.3.6 *Limit of detection (LOD) dan limit of quantitation (LOQ)*

Penentuan batas deteksi menggunakan hasil dari data konsentrasi deret standar yang telah diukur serapannya pada alat spektrofotometer UV-Visible. Nilai LOD dan LOQ ditentukan dengan rumus :

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S (y/x)}{\text{slope}} \quad (10)$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S (y/x)}{\text{slope}} \quad (11)$$

3.3.7 **Penentuan Presisi**

Penentuan presisi dilakukan dengan melakukan pegulangan pengukuran sampel sebanyak 7 kali dengan perlakuan yang sama dan dihitung nilai RSDnya (<2%). Rumus yang digunakan yaitu:

$$\% \text{RSD} = \frac{\text{SD}}{\bar{X}} \times 100\% \quad (12)$$

RSD = *Relative standard deviation*

SD = Standar Deviasi

\bar{X} = Rata-rata nilai pengujian

3.3.8 **Penentuan Akurasi**

Pembuatan larutan pada penentuan akurasi dengan cara menambahkan larutan standar dengan sampel. Sampel sebanyak 5 gram dilarutkan dalam 25 mL akuades dimasukkan ke dalam corong pisah dan ditambahkan Larutan standar Na Siklamat 4000 mg/L sebanyak 0,75 mL, 5 mL H₂SO₄ 30%, 10 mL C₆H₁₂ dan 2 mL NaOCl, ekstraksi selama 2 menit. lapisan C₆H₁₂ (fase atas) akan berwarna kuning. lapisan bawah dibuang, lapisan C₆H₁₂ (fase atas) ditambahkan dengan 25 mL NaOH 0,5 N, ekstraksi selama 2 menit. fase bawah dibuang. fase atas ditambahkan dengan 25 mL akuades, ekstraksi selama 2 menit. fase bawah dibuang, fase atas dimasukkan ke

dalam tabung ulir 10 mL. Larutan spike diukur dengan dengan panjang gelombang maksimum 314 nm. Rumus yang digunakan yaitu :

$$\%Recovery = \frac{C_1 - C_2}{C_s} \times 100\% \quad (12)$$

3.3.9 Penentuan nilai ketidakpastian

Nilai estimasi ketidakpastian berasal dari penyumbang ketidakpastian yang memengaruhi kadar siklamat pada sampel sirup. Penentuan estimasi ketidakpastian yaitu membuat langkah kerja penentuan siklamat, membuat diagram tulang ikan (*fish bone*) sesuai dengan rumus matematika. Menghitung ketidakpastian gabungan dan menghitung ketidakpastian diperluas.

3.3.10 Uji Perbandingan

Pengujian ini menggunakan uji homogenitas untuk mengetahui varians data sampel. Berdasarkan hasil pengujian, data yang dimasukkan merupakan variasi data kadar dan konsentrasi antara siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan siklamat koreksi blangko. Menggunakan uji t statistik, jika t hitung > t tabel maka Ho ditolak dan Ha diterima sebaliknya jika t hitung < t tabel maka Ho diterima dan Ha ditolak.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

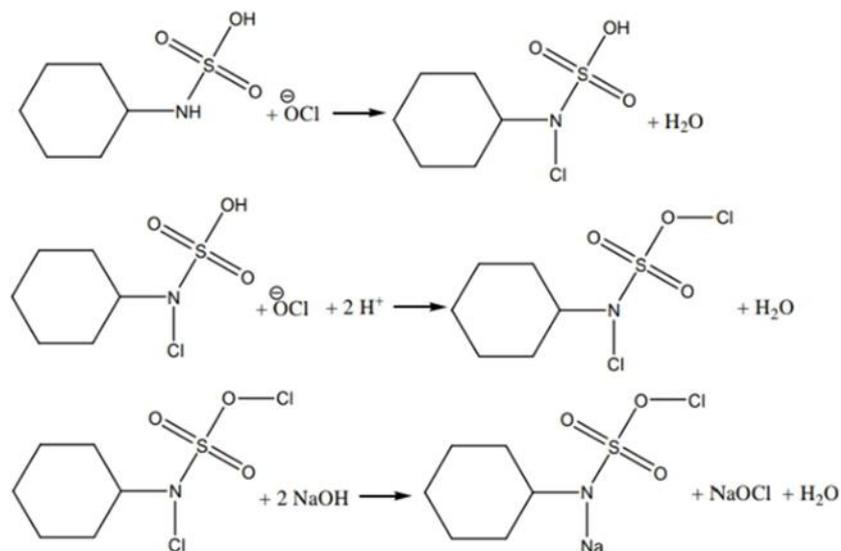
4.1 Pengaruh koreksi blanko terhadap penentuan Kadar Siklamat

Pengaruh koreksi blanko terhadap penentuan kadar siklamat dalam sirup menggunakan uji t kadar dan konsentrasi antara siklamat tanpa koreksi blanko dan dengan siklamat koreksi blanko. metode koreksi blanko maka absorbansi baik itu standar maupun sampel ataupun spike dikurangi dengan besarnya blanko. sebagai dasar pengambilan keputusan hasil pengujian siklamat koreksi blanko dan dengan siklamat koreksi blanko keduanya dibandingkan dengan melakukan uji beda. uji t digunakan dalam uji komparasi, yaitu salah satu alat statistik yang memiliki tujuan untuk membandingkan antara dua kondisi yang sedang dianalisis berupa data berskala interval/rasio, apakah terdapat perbedaan yang signifikan atau tidak (Yulingga, 2017). Menurut sugiyono (2010), pengujian hipotesis yang diajukan dapat diterima atau ditolak, oleh karena itu ada beberapa kriteria pengujian yang digunakan pada statistik jika $t_{hitung} > t_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_a diterima sebaliknya jika $t_{hitung} < t_{tabel}$ maka H_0 diterima dan H_a ditolak. hasil analisis penentuan kadar siklamat tanpa koreksi blanko dan dengan koreksi blanko dilakukan uji t pada konsentrasi dan kadar sirup keduanya. Pada hasil uji t kadar diperoleh nilai $t_{hitung} < t_{tabel} = 0,062 < 2,178$ maka H_0 diterima yang artinya tidak ada perbedaan rata-rata kadar sampel antara siklamat tanpa koreksi blanko dan dengan siklamat koreksi blanko. analisis konsentrasi diperoleh nilai $t_{hitung} < t_{tabel} = 0,062 < 2,178$ Maka H_0 diterima yang artinya tidak ada perbedaan rata-rata konsentrasi sampel antara siklamat tanpa koreksi blanko dan dengan koreksi blanko. dilihat dari hipotesis keduanya menunjukkan tidak ada perbedaan yang signifikan terhadap hasil pengujian kadar siklamat tanpa koreksi blanko dan dengan koreksi blanko. metode koreksi blanko tidak ada pengaruh terhadap nilai pengujian penentuan kadar siklamat menggunakan spektrofotometri UV-Visible.

4.1.1 Penentuan Kadar Siklamat

Sampel yang digunakan pada penelitian yaitu minuman Sirup jajan yang dijual di daerah sekitar Laboratorium kesehatan daerah DKI Jakarta. Pengaruh sampel pada penelitian ini yaitu sampel merupakan minuman jajan yang menggunakan pemanis.

Prinsip dasar penentuan kadar siklamat pada sirup yaitu natrium siklamat akan bereaksi dengan hipoklorit membentuk warna hijau kekuningan dimana intensitas warna yang terbentuk dapat diukur dengan spektrofotometer UV-Visible dengan panjang gelombang maksimum 314 nm. Apabila pada suatu sampel terdeteksi mengandung natrium siklamat, reaksi antara siklamat dengan larutan hipoklorit dalam suasana asam dan reaksi setelah penambahan NaOH dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1. Reaksi antara siklamat dengan hipoklorit dan reaksi setelah penambahan NaOH (Regina *et al.*, 2015).

Sampel direaksikan dengan H_2SO_4 menghasilkan larutan tidak berwarna dan panas. Penambahan H_2SO_4 bertujuan untuk mengubah natrium siklamat menjadi asam siklamat. Larutan asam siklamat didinginkan, diekstrak dengan etil asetat membentuk asam siklamat dalam fase organik. Selanjutnya asam siklamat

diekstraksi ke dalam aquades. Hasil ekstrak tersebut berupa larutan tidak berwarna yang kemudian ditambah NaOH dan sikloheksana. NaOH berfungsi untuk memberikan suasana basa dan untuk membentuk kembali natrium siklamat. Pada tahap ini yang diambil merupakan lapisan air yang tidak berwarna, karena siklamat dalam bentuk garamnya yaitu Na-siklamat larut dalam air. Lapisan air tersebut ditambah dengan H₂SO₄, sikloheksana dan hipoklorit membentuk 2 lapisan, lapisan atas (larutan sikloheksana jernih berwarna sedikit hijau kekuningan) dan lapisan bawah tidak berwarna (lapisan air). Sikloheksana berfungsi sebagai pengekstrak siklamat, sedangkan hipoklorit digunakan sebagai pereaksi untuk memberi warna hijau kekuningan pada larutan yang mengandung siklamat. Pada lapisan sikloheksana ini siklamat telah terekstrak di dalamnya dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 314 nm.

Data perolehan kadar siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan siklamat koreksi blangko yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Data perolehan Kadar siklamat dalam Sirup

Pengulangan	Konsentrasi (mg/L)	Kadar Siklamat (mg/kg)	Konsentrasi (mg/L)	Kadar Siklamat <i>Zero Blank</i> (mg/kg)
Sirup 1	82,46	164,75	82,42	164,68
Sirup 2	82,94	165,72	82,91	165,65
Sirup 3	82,39	164,62	82,36	164,55
Sirup 4	82,00	163,84	81,97	163,77
Sirup 5	80,64	161,12	80,61	161,05
Sirup 6	80,18	160,19	80,14	160,13
Sirup 7	80,97	161,78	80,94	161,71

Dari Tabel 4.1. disebutkan tabel berupa hasil kadar siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan siklamat koreksi blangko memiliki rata-rata sebesar 163,15 mg/kg dan 163,08 mg/kg. Maka dapat disimpulkan bahwa sampel memenuhi syarat

berdasarkan Peraturan BPOM Republik Indonesia Tahun 2014 tentang Bahan Tambahan Pangan Pemanis yaitu sebesar 250-350 mg/kg.

4.1.2 Uji Perbandingan (uji t)

Uji t digunakan dalam uji komprasi, yaitu salah satu alat statistik yang memiliki tujuan untuk membandingkan antara dua kondisi yang sedang dianalisis berupa data berskala interval/rasio (Yulingga, 2017). Menurut sugiyono (2010), pengujian hipotesis yang diajukan dapat diterima atau ditolak, oleh karena itu ada beberapa kriteria pengujian yang digunakan pada statistik jika $t_{hitung} > t_{tabel}$ maka H_0 ditolak dan H_a diterima sebaliknya jika $t_{hitung} < t_{tabel}$ maka H_0 diterima dan H_a ditolak. hasil uji perbandingan kadar dan konsentrasi siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan siklamat koreksi blangko yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Uji t pada kadar dan konsentrasi siklamat

<i>t-Test: Two-Sample Assuming Equal Variances</i>				
	Kadar Siklamat (mg/kg)	Kadar Siklamat koreksi blangko (mg/kg)	Konsentrasi Siklamat (mg/L)	Konsentrasi Siklamat koreksi blangko (mg/L)
<i>Mean</i>	163,148	163,078	81,658	81,623
<i>Variance</i>	4,418	4,418	1,107	1,107
<i>Observations</i>	7	7	7	7
<i>Pooled Variance</i>	4,418		1,107	
<i>Hypothesized Mean Difference</i>	0		0	
<i>df</i>	12		12	
<i>t Stat</i>	0,062		0,062	
<i>P(T<=t) one-tail</i>	0,476		0,476	
<i>t Critical one-tail</i>	1,782		1,782	
<i>P(T<=t) two-tail</i>	0,951		0,951	
<i>t Critical two-tail</i>	2,178		2,178	

hasil uji t kadar diperoleh nilai $t_{hitung} < t_{tabel} = 0,062 < 2,178$ maka H_0 diterima yang artinya tidak ada perbedaan rata-rata kadar sampel antara siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan siklamat koreksi blangko. untuk konsentrasi

diperoleh nilai t hitung $< t$ tabel = $0,062 < 2,178$ maka H_0 diterima yang artinya tidak ada perbedaan rata-rata konsentrasi sampel antara siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan siklamat koreksi blangko .

4.2 Validasi Metode

4.2.1 Linieritas

Larutan standar siklamat dibuat dari larutan baku standar Na Siklamat 4000 mg/L, dibuat deret standar dengan konsentrasinya 0; 100; 200; 300; 400; 500 mg/L dan dilakukan pengukuran absorbansinya pada panjang gelombang maksimum 314 nm. Pembuatan larutan standar dibuat bertujuan untuk membuat kurva kalibrasi dimana kurva tersebut dapat menentukan linieritas (koefisien korelasi) dan koefisien determinasi antara konsentrasi dengan absorbansi. perolehan kurva jalibrasi dan persamaan regresi dan koefisien determinasi yang ditunjukkan pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3. Data Kurva Kalibrasi

Siklamat tanpa koreksi blangko		Siklamat koreksi blangko	
konsentrasi (mg/L)	Absorbansi terukur	konsentrasi (mg/L)	Absorbansi Terkoreksi
0	0,00687	0	0
100	0,1971	100	0,19023
200	0,40882	200	0,40195
300	0,60634	300	0,59947
400	0,82809	400	0,82122
500	0,98549	500	0,97862
Persamaan Regresi Linier			R^2
Tanpa koreksi blangko		$y = 0,002x + 0,0066$	0,9986
Dengan koreksi blangko		$y = 0,002x - 0,0002$	0,9986

Hasil pengujian yang telah diperoleh pada persamaan garis regresi linier yang sudah tertera pada Tabel 4.3 nilai yang didapat sebesar $y=0,002x + 0,0066$, kemudian hasil linieritas didapat dengan nilai Koefisien determinasi (R^2) 0,9986. Metode zero blank nilai yang didapat sebesar $y= 0,002x - 0,0002$, kemudian hasil linieritas didapat dengan nilai Koefisien determinasi (R^2) 0,9986 Hubungan absorbansi standar siklamat menunjukkan bahwa nilai korelasi hasil pengujian dikatakan linier, karena nilai determinasi yang dihasilkan sesuai dengan teoritis $\geq 0,995$. berdasarkan hasil kurva kalibrasi pada standar siklamat dapat ditarik kesimpulan bahwa terdapat hubungan absorbansi dan konsentrasi kedua hubungan tersebut linier dan data yang diperoleh dapat diterima. Nilai slope yang didapatkan pada pengujian linieritas selanjutnya bisa digunakan untuk mencari limit deteksi dan limit kuantisasi pada tahapan validasi.

4.2.2 Penentuan *Limit of detection* dan *Limit of Quatification*

Penentuan LOD dan LOQ pada penentuan kadar siklamat pada sirup dilakukan untuk mengetahui kadar yang dihasilkan menunjukkan hasil yang sesuai atau tidak dengan kemampuan metode dan alatnya. Nilai LOD tersebut merupakan nilai yang dijadikan acuan sebagai nilai kadar yang terendah yang masih dapat dianalisis oleh alat dan nilai LOQ merupakan nilai yang terendah yang dapat memenuhi kuantitasi akurasi dan presisi. Penentuan kadar siklamat memiliki nilai LOD dan LOQ yang ditunjukkan pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4. Hasil LOD dan LOQ

	Siklamat tanpa koreksi blangko	koreksi blangko
N	4	4
Sy/x	0,0158	0,0158
LOD (mg/L)	23,749	23,762
LOQ (mg/L)	79,166	79,206

Sampel masing-masing pemanis berasal dari 6 konsentrasi standar yang berbeda kemudian dicari Sy/x untuk dikalikan 3 sebagai LOD dan dikalikan 10 sebagai nilai LOQ. keduanya dibagi slope yang didapat pada linieritas. berdasarkan tabel 4.4 dapat dilihat nilai LOD dan LOQ siklamat tanpa koreksi blangko masing-masing Sebesar 23,75 mg/L dan 79,16 mg/L, LOD dan LOQ Siklamat dengan metode koreksi blangko masing-masing Sebesar 23,762 mg/L dan 79,21 mg/L.

Nilai LOD menunjukkan jumlah terkecil analit dalam sampel yang masih dapat dideteksi. LOQ menunjukkan kuantitas terkecil dari analit yang masih dapat memenuhi kriteria ketelitian. Masing-masing nilai LOD dan LOQ pada standar siklamat masih berada dalam rentang konsentrasi dari standar siklamat.

4.2.3 Penentuan Presisi

Presisi adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dan rata-rata jika prosedur yang dilakukan secara berulang-ulang pada sampel yang diambil dengan campuran yang homogen (Riyanto, 2014). Penentuan presisi pada pengujian ini dilakukan sebanyak tujuh kali yang dilakukan pada jenis sampel yang sama. Hasil analisis pengukuran presisi siklamat dalam sirup ditampilkan pada Tabel 4.5. sebagai berikut:

Tabel 4.5. Hasil Presisi

	Siklamat tanpa koreksi blangko	Siklamat koreksi blangko
N	6	6
SD	2,102	2,102
% RSD	1,28	1,28

Berdasarkan Tabel 4.5 diperoleh hasil yang didapatkan dalam bentuk %RSD pada sampel Sirup sebesar 1,28 artinya data dikatakan presisi. simpangan baku relatif (RSD) yang baik yaitu tidak lebih dari 2%.

4.2.4 Penentuan Akurasi

Akurasi adalah ukuran yang menunjukkan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya yang diterima (Riyanto,2014). Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*). Cara pengolahan data akurasi dalam penelitian ini dilakukan dengan metode penambahan standar. Hasil analisis siklamat pada sirup ditampilkan pada Tabel 4.6. sebagai berikut:

Tabel 4.6. Hasil Akurasi

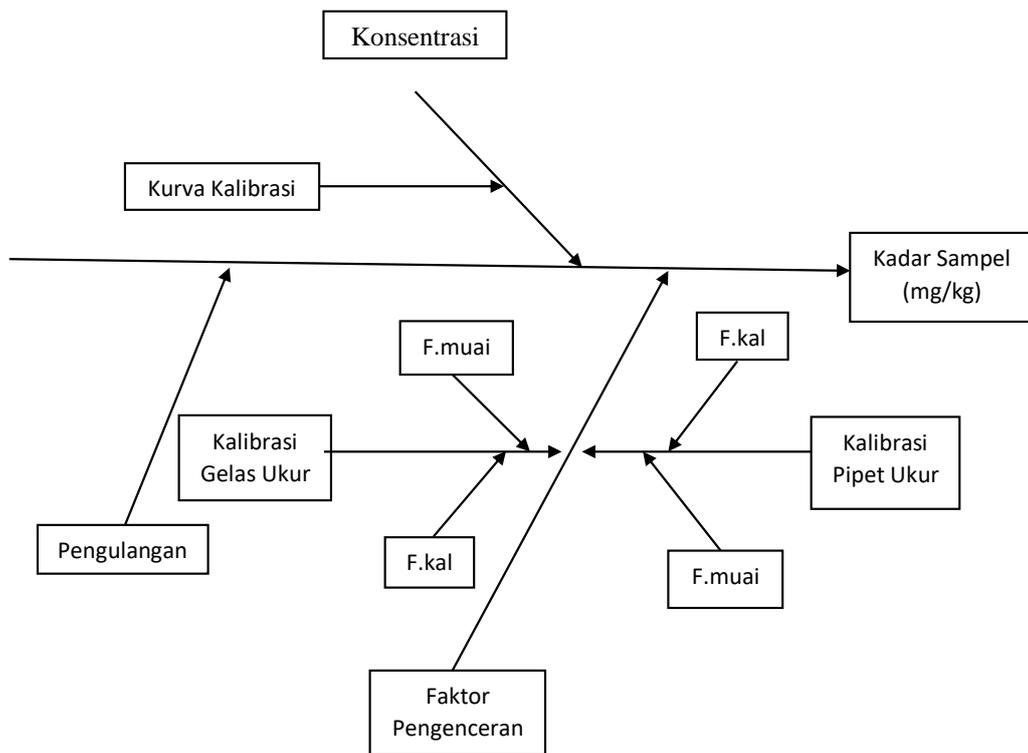
	Siklamat tanpa koreksi blangko	Siklamat koreksi blangko
Absorbansi	0,67694	0,67007
Konsentrasi terbaca (mg/L)	335,17	335,13
Konsentrasi sebenarnya (mg/L)	300	300
% Recovery	84,50	84,50

Perolehan kembali (*recovery*) dengan konsentrasi $100 \text{ ppb} < A \leq 1 \text{ ppm}$, maka rentang keberterimaan pada rentang 80-110%. berdasarkan Tabel 4.6. diperoleh hasil yang didapatkan dalam bentuk %*Recovery* pada sampel dan *spike* siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan siklamat koreksi blangko sebesar 84,50%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sampel sirup berada pada rentang keberterimaan atau akurat.

4.3.5 Estimasi Ketidakpastian

Estimasi ketidakpastian dilakukan untuk mengetahui penyumbang kesalahan terbesar pada suatu pengujian. Estimasi Ketidakpastian pengukuran merupakan salah satu hal penting dalam pengukuran, karena dapat memberikan hasil penyumbang kesalahan pengukuran yang dilakukan terhadap alat, bahan, maupun pengujian sampel. Indikasi estimasi ketidakpastian pada pengukuran konsentrasi

pemanis siklamat terdapat beberapa faktor yakni konsentrasi, pengulangan, dan faktor pengenceran. Estimasi ketidakpastian pemanis siklamat dapat dilihat pada gambar 4.2.



Gambar 4.2. Diagram Estimasi Ketidakpastian

Diagram tulang ikan pada gambar 4.2. menunjukkan faktor-faktor yang dapat memengaruhi hasil kadar pemanis siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan siklamat koreksi blangko. Selanjutnya diagram tulang ikan tersebut di cari nilai estimasi ketidakpastiannya untuk mengetahui yang menjadi faktor penyumbang kesalahan terbesar dari penentuan kadar siklamat .

1. Penentuan Ketidakpastian Baku asal konsentrasi

Dari proses analisis diperoleh hasil ketidakpastian baku ditunjukkan identitas Tabel 4.7.

Tabel 4.7. Ketidakpastian baku konsentrasi siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan Siklamat koreksi blangko

Variabel Ketidakpastian	Nilai Ketidakpastian
Volume gelas ukur (μv)	0,1032 mL
Volume Pipet ukur (μv)	0,04127 mL

Berdasarkan tabel 4.7. dapat dilihat bahwa ada 2 variabel yang ditentukan ketidakpastian bakunya, yaitu volume gelas ukur (μv) dan volume pipet ukur (μv) yang diuraikan sebagai berikut:

1) Ketidakpastian baku volume

Ketidakpastian baku volume dipengaruhi oleh kalibrasi gelas ukur dan faktor muai sehingga ketidakpastian baku volume (μv) diperoleh dari gabungan antara ketidakpastian asal kalibrasi dan faktor muai.

Nilai ketidakpastian asal konsentrasi (S_x) siklamat tanpa koreksi blangko sampel sirup yang diperoleh yaitu 5,80mg/L dan ketidakpastian konsentrasi (S_x) siklamat dengan koreksi blangko yaitu 5,80 mg/L.

2) Ketidakpastian gabungan

Penentuan ketidakpastian gabungan diperoleh dari penentuan ketidakpastian baku, langkah selanjutnya yaitu ditentukan nilai ketidakpastian gabungannya. Nilai ketidakpastian gabungan diperoleh dari gabungan antara ketidakpastian baku konsentrasi, ketidakpastian pengulangan, dan ketidakpastian faktor pengenceran. Nilai ketidakpastian gabungan siklamat tanpa koreksi blangko dan siklamat dengan koreksi blangko pada sampel sirup yaitu sebesar 129,78 dan 129,73

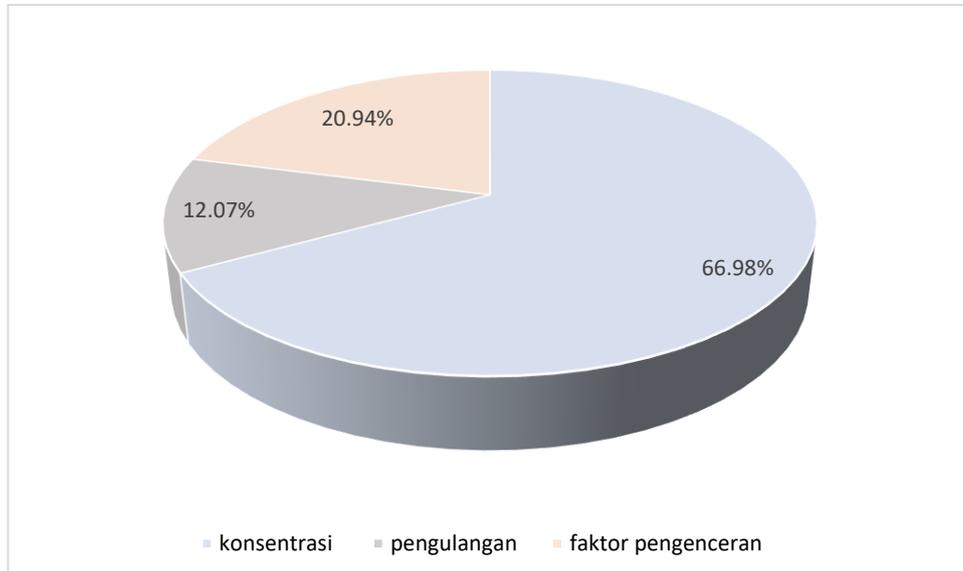
3) Penentuan ketidakpastian diperluas

Ketidakpastian diperluas diperoleh dari ketidakpastian gabungan dikali dengan faktor cakupan. Ketidakpastian diperluas dari pengukuran siklamat tanpa koreksi blangko dan siklamat dengan koreksi blangko pada sampel sirup menunjukkan besarnya nilai ketidakpastian diperluas dari penentuan siklamat sampel sirup 259,57 dan 259,46

4) Penyumbang ketidakpastian

Penentuan penyumbang ketidakpastian diperoleh dari ketidakpastian baku dibagi dengan ketidakpastian baku relatif. Penyumbang ketidakpastian dari pengukuran siklmaat pada sampel sirup dipengaruhi oleh konsentrasi, pengulangan,

dan faktor pengenceran. Prosentase masing-masing penyumbang ketidakpastian sampel sirup dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3. Diagram penyumbang ketidakpastian siklamat tanpa koreksi blangko dan dengan koreksi blangko

Berdasarkan diagram diatas nilai penyumbang ketidakpastian sampel sirup tanpa koreksi blangko dan dengan koreksi blangko hasil keduanya sama. Penyumbang ketidakpastian terbesar diperoleh dari konsentrasi yaitu sebesar 66,98%. Penyumbang ketidakpastian terkecil diperoleh dari pengulangan sebesar 12,07%.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil praktik kerja lapangan yang telah dilaksanakan di Laboratorium Kesehatan Daerah Jakarta dapat disimpulkan sebagai berikut:

1. Hasil kadar pemanis siklamat tanpa koreksi blanko dan siklamat koreksi blanko memiliki rata-rata kadar berturut-turut yaitu 163,15 mg/kg 163,08 mg/kg. maka dapat disimpulkan bahwa sampel memenuhi syarat berdasarkan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2014 tentang batas maksimum penggunaan bahan tambahan pangan pemanis yaitu 350 mg/kg. hasil uji perbandingan kadar siklamat dengan koreksi blanko dan siklamat tanpa koreksi blanko tidak ada perbedaan yang signifikan artinya tidak ada pengaruh koreksi blanko terhadap hasil pengujian kadar siklamat .
2. Hasil validasi metode meliputi linieritas siklamat dan siklamat koreksi blanko sebesar $y = 0,002x + 0,0066$ dan $y = 0,002x - 0,0002$. LOD siklamat tanpa koreksi blanko dan dengan siklamat koreksi blanko sebesar 23,74992092 mg/L dan 23,7616891 mg/L. LOQ siklamat tanpa koreksi blanko dan siklamat koreksi blanko sebesar 79,16640307 mg/L dan 79,20563032 mg/L. presisi siklamat tanpa koreksi blanko dan siklamat koreksi blanko dilihat dari % RSD dengan nilai sebesar 1,28 % dan 1,28 % dikatakan presisi karena hasil $< 2\%$. Akurasi siklamat tanpa koreksi blanko dan koreksi blanko dilihat dari % recovery dengan nilai sebesar 84,50 % dan 84,50%. penyumbang estimasi ketidakpastian pengujian siklamat tanpa koreksi blanko dan dengan siklamat koreksi blanko sama yaitu penyumbang ketidakpastian terbesar diperoleh dari konsentrasi yaitu sebesar 66,98%. penyumbang ketidakpastian terkecil diperoleh dari faktor pengulangan sebesar 12,07%. Berdasarkan perolehan tersebut dapat dinyatakan bahwa metode analisis penentuan kadar pemanis siklamat dalam sirup menggunakan spektrofotometri UV-Visible valid.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil praktik kerja lapangan yang telah dilakukan di Laboratorium kesehatan daerah Jakarta, disarankan beberapa hal sebagai berikut :

1. Perlu dilakukan pengembangan metode dalam preparasi sampel untuk menganalisis lebih banyak sampel.
2. Perlu dilakukan analisis kualitatif sebelum dilakukan uji kuantitatif penentuan kadar siklamat dalam sampel
3. Perlu dilakukan kalibrasi secara berkala untuk alat yang digunakan untuk pengujian.

DAFTAR PUSTAKA

- BPOM RI. 2014. Peraturan Badan Pengawas Obat Dan Makanan Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2014 *Tentang Batas Maksimum Penggunaan Bahan Tambahan Pangan Pemanis*. Jakarta : BPOM RI.
- Cahyadi, W. 2008, *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Edisi Pertama, Jakarta: Bumi Aksara.
- Chan, Chung Cown., Herman Lam, Y. C. Lee, Xue Ming Zhang (ed). 2004. *Analytical Method Validation and Instrument Performance Verification*. John Willey & sons , Inc Publication. New Jersey.
- Furia. 1980. Handbook of Food Additives. Ohio:The Chemical Rubber Co.
- Shrivastava, Alankar., Vipin B. Gupta., 2011. Methods for The Determination of Limit of Detection and Limit of Quantitation of The Analytical Methods. *Chronicles of Young Scientists*. Vol. 2. Issue 1.
- Yulingga. 2017. *Statistika pendidikan*. Yogyakarta : CV Budi Utama
- Harmita, 2004. *petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya*. Majalah ilmu kefarmasian, Vol. I, No. 3, Hal 117-135.Jakarta : Bumi Aksara.
- Khopkar, S. M. 1990. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta: UI Press.
- Monica, S., dan Avriliaana., D.A. 2013. Penentuan Jenis Solven dan pH Optimum Pada Analisis Senyawa Delphinidin Dalam Kelopak Bunga Rosela Dengan Metode Spektrofotometri UV-Visible. *Jurnal Terknologi Kimia dan Industri*. Volume 2. No. 2. Halaman 91-96.
- Riyanto. 2014. *Validasi dan Verifikasi Metode Uji : Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi* . Yogyakarta: Deepublish.
- Rohman, A., dan Ibnu, G.G. 2007. Kimia Farmasi Analisis. Pustaka Pelajar. Yogyakarta. Hal 379-394.
- Rohman, A. 2007 Kimia Farmasi Analisis. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Satiadarma, K. 2004. Asas Pengembangan Prosedur Analisis Cetakan Pertama. Surabaya : Universitas Airlangga-Press.
- Sugiyono. 2010. *Statistika untuk Penelitian*. Bandung : Alfabeta
- Wibowoutomo, B. 2010. Pengembangan Metode Penetapan Kadar Siklamat Kromatografi Kinerja Tinggi Guna Di implementasikan Dalam Kajian

Paparan. Teknologi dan Kejuruan. Fakultas Teknik: Universitas Negeri Malang.

LAMPIRAN

Lampiran 1

Pembuatan Larutan

1. Pembuatan larutan NaOH 0,5 N 500 mL

mol NaOH

$$N = (n/V) \times e$$

$$n = 0,5 N \times (n/0,5 L) \times 1$$

$$n = 0,25 \text{ mol}$$

$$\text{Mr NaOH} = \text{Ar Na} + \text{Ar O} + \text{Ar H}$$

$$= 23 \text{ g/mol} + 16 \text{ g/mol} + 1 \text{ g/mol}$$

$$= 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa} = n \times \text{Mr}$$

$$= 0,25 \text{ mol} \times 40 \text{ g/mol}$$

$$= 10 \text{ gram}$$

2. Pembuatan larutan H₂SO₄ 30%

$$V_1 \times M_1 = V_2 \times M_2$$

$$V_1 \times 96 = 500 \text{ mL} \times 30$$

$$V_1 = 15000/96$$

$$V_1 = 156,25 \text{ mL}$$

3. Pembuatan Larutan Stok Na siklamat 4000 mg/L

$$\frac{4000 \text{ mg}}{1000 \text{ ml}} = \frac{x \text{ mg}}{25 \text{ ml}}$$

$$1000 X = 100000$$

$$X = \frac{100000}{1000}$$

$$X = 100 \text{ mg}$$

4. Pembuatan larutan standar siklamat 0 mg/L; 100 mg/L; 200 mg/L; 300 mg/L;
400 mg/L; 500 mg/L.

Konsentrasi 0 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 4000 \text{ mg/L} = 10 \text{ mL} \times 0 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 0 \text{ mg/L}}{4000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0 \text{ mL}$$

Konsentrasi 100 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 4000 \text{ mg/L} = 10 \text{ mL} \times 100 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 100 \text{ mg/L}}{4000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,25 \text{ mL}$$

Konsentrasi 200 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 4000 \text{ mg/L} = 10 \text{ mL} \times 200 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 200 \text{ mg/L}}{4000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,5 \text{ mL}$$

Konsentrasi 300 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 4000 \text{ mg/L} = 10 \text{ mL} \times 300 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 300 \text{ mg/L}}{4000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 0,75 \text{ mL}$$

Konsentrasi 400 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 4000 \text{ mg/L} = 10 \text{ mL} \times 400 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 400 \text{ mg/L}}{4000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1 \text{ mL}$$

Konsentrasi 500 mg/L

$$V_1 \times C_1 = V_2 \times C_2$$

$$V_1 \times 4000 \text{ mg/L} = 10 \text{ mL} \times 500 \text{ mg/L}$$

$$V_1 = \frac{10 \text{ mL} \times 500 \text{ mg/L}}{4000 \text{ mg/L}}$$

$$V_1 = 1,25 \text{ mL}$$

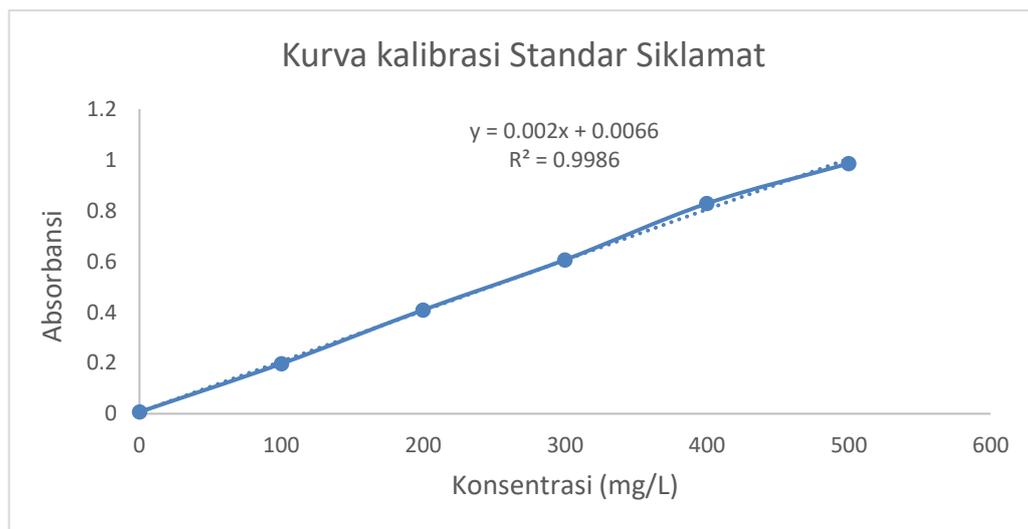
Lampiran 2

Penentuan Linieritas

1. Tabel absorbansi standar siklamat tanpa koreksi blangko

konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0,00687
100	0,1971
200	0,40882
300	0,60634
400	0,82809
500	0,98549

2. Kurva kalibrasi standar Siklamat tanpa koreksi blangko



Keterangan :

Slope : 0,002

Intersep : 0,0066

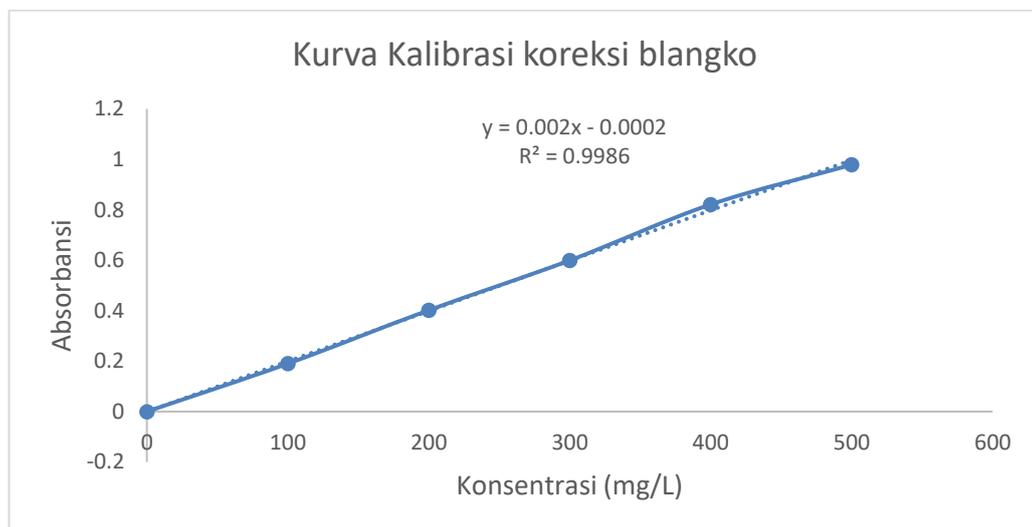
persamaan regresi : $0,002x + 0,0066$

Koefisien determinasi (R^2) : 0,9986

3. Tabel Absorbansi Standar Siklalat koreksi blangko

konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
0	0
100	0,190225
200	0,401945
300	0,599465
400	0,821215
500	0,978615

4. Kurva Kalibrasi Standar Siklalat koreksi blangko



Keterangan :

Slope : 0,002

Intersep : - 0,0002

persamaan regresi : $0,002x - 0,0002$

Koefisien determinasi (R^2) : 0,9986

Lampiran 3

Penentuan Kadar Siklamat dalam sirup

1. Tabel Kadar Siklamat tanpa koreksi blangko

Pengulangan	Bobot sampel (gram)	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (mg/kg)
Sirup 1	5,0001	0,17152	82,46	164,751
Sirup 2	5,0001	0,17249	82,945	165,720
Sirup 3	5,0001	0,17139	82,395	164,621
Sirup 4	5,0001	0,17061	82,005	163,842
Sirup 5	5,0001	0,16789	80,645	161,125
Sirup 6	5,0001	0,16696	80,18	160,196
Sirup 7	5,0001	0,16855	80,975	161,784

2. Tabel Kadar Siklamat koreksi blangko

Pengulangan	Bobot sampel (gram)	Absorbansi	Konsentrasi (mg/L)	Kadar (mg/kg)
Sirup 1	5,0001	0,16465	82,425	164,681
Sirup 2	5,0001	0,16562	82,91	165,650
Sirup 3	5,0001	0,16452	82,36	164,551
Sirup 4	5,0001	0,16374	81,97	163,772
Sirup 5	5,0001	0,16102	80,61	161,055
Sirup 6	5,0001	0,16009	80,145	160,126
Sirup 7	5,0001	0,16168	80,94	161,714

Lampiran 4

Penentuan *Limit of Detection* dan *Limit of Quantification*

1. Tabel Hasil Perhitungan LOD dan LOQ Siklamat tanpa koreksi blangko

konsentrasi (mg/L)	yi	y	(y-yi) ²
0	0,00687	0,0066	7,29E-08
100	0,1971	0,2066	9,025E-05
200	0,40882	0,4066	4,9284E-06
300	0,60634	0,6066	6,76E-08
400	0,82809	0,8066	0,00046182
500	0,98549	1,0066	0,000445632
		Jumlah	0,001002771

1. Standar Deviasi

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y-y_i)^2}{n-2}}$$

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{0,001002771}{6-2}}$$

$$S (y/x) = 0,015833281$$

2. Perhitungan LOD

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S (y/x)}{\text{slope}}$$

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 0,015833281}{0,002}$$

$$\text{LOD} = 23,75 \text{ mg/kg}$$

3. Perhitungan LOQ

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S (y/x)}{\text{slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,015833281}{0,002}$$

$$\text{LOQ} = 79,16 \text{ mg/kg}$$

2. Tabel Perhitungan LOD dan LOQ Siklamat koreksi blangko

Konsentrasi (mg/L)	yi	y	(y-yi) ²
0	0	-0,0002	0,00000004
100	0,190225	0,1998	9,16806E-05
200	0,401945	0,3998	4,60102E-06
300	0,599465	0,5998	1,12225E-07
400	0,821215	0,7998	0,000458602
500	0,978615	0,9998	0,000448804
		Jumlah	0,00100384

1. Standar Deviasi

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{\sum(y-y_i)^2}{n-2}}$$

$$S (y/x) = \sqrt{\frac{0,00100384}{6-2}}$$

$$S (y/x) = 0,01584172$$

2. Perhitungan LOD

$$\text{LOD} = \frac{3 \times S (y/x)}{\text{slope}}$$

$$\text{LOD} = \frac{3 \times 0,01584172}{0,002}$$

$$\text{LOD} = 23,76 \text{ mg/kg}$$

3. Perhitungan LOQ

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times S (y/x)}{\text{slope}}$$

$$\text{LOQ} = \frac{10 \times 0,01584172}{0,002}$$

$$\text{LOQ} = 79,21 \text{ mg/kg}$$

Lampiran 5

Penentuan Presisi dan Akurasi

1. Tabel Hasil Perhitungan presisi dan akurasi siklamat tanpa koreksi blangko

Pengulangan	Absorbansi	Kadar (mg/kg)	$(X-\bar{X})^2$
Sirup 1	0,17152	164,751	2,56847
Sirup 2	0,17249	165,720	6,61341
Sirup 3	0,17139	164,621	2,16908
Sirup 4	0,17061	163,842	0,48105
Sirup 5	0,16789	161,125	4,09513
Sirup 6	0,16696	160,196	8,71839
Sirup 7	0,16855	161,784	1,86136
		$\bar{X}=163,148$	$\Sigma=26,5069$

$$\begin{aligned}SD &= \sqrt{\frac{\Sigma(X-\bar{X})^2}{n-1}} \\ &= \sqrt{\frac{26,50690922}{7-1}} \\ &= 2,101860653\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\%RSD &= \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \\ &= \frac{2,101860653}{163,148809} \times 100\% \\ &= 1,28 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\%Recovery &= \frac{C_1 - C_2}{C_S} \times 100\% \\ &= \frac{335,17 \text{ mg/L} - 81,65785714}{300 \text{ mg/L}} \times 100\% \\ &= 84,50 \%\end{aligned}$$

2. Tabel Hasil Perhitungan presisi dan akurasi siklamat metode koreksi blangko

Pengulangan	Absorbansi	Kadar (mg/kg)	$(X-\bar{X})^2$
Sirup 1	0,16472	164,681	2,56847
Sirup 2	0,16569	165,650	6,61340
Sirup 3	0,16459	164,551	2,16907
Sirup 4	0,16381	163,772	0,48104
Sirup 5	0,16109	161,055	4,09513
Sirup 6	0,16016	160,126	8,71839
Sirup 7	0,16175	161,714	1,86136
		$\bar{X}=163,078$	$\Sigma=26,5069$

$$\begin{aligned}
 \text{SD} &= \sqrt{\frac{\sum(X-\bar{X})^2}{n-1}} \\
 &= \sqrt{\frac{26,50690922}{7-1}} \\
 &= 2,101860653
 \end{aligned}$$

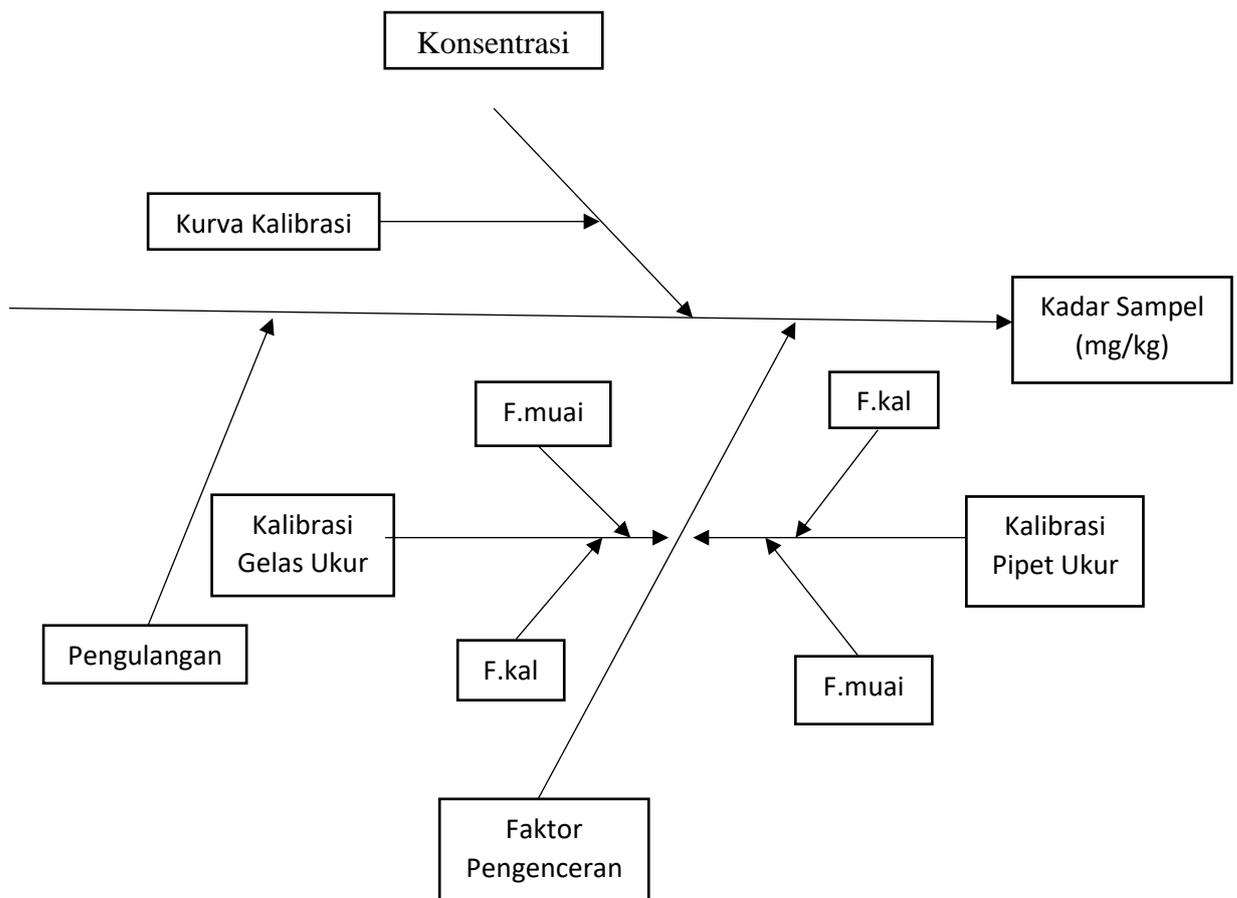
$$\begin{aligned}
 \%RSD &= \frac{\text{SD}}{\bar{X}} \times 100\% \\
 &= \frac{2,101860653}{163,0788805} \times 100\% \\
 &= 1,28 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \%Recovery &= \frac{C_1 - C_2}{C_S} \times 100\% \\
 &= \frac{335,17 \text{ mg/L} - 81,62285714 \text{ mg/L}}{300 \text{ mg/L}} \times 100\% \\
 &= 84,50 \%
 \end{aligned}$$

Lampiran 6

Penentuan Estimasi Ketidakpastian

Diagram Tulang Ikan Siklamat siklamat tanpa koreksi blangko



1. Ketidakpastian Gelas ukur 25 mL \pm 0,25 mL

$$\mu \text{ kal} = \frac{s}{\sqrt{k}} = \frac{0,25}{\sqrt{6}} = 0,1021 \text{ mL}$$

$$(\mu \text{ kal})^2 = (0,1020)^2 = 0,0104 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ muai} &= \frac{\Delta T \times 2,1 \times 10^{-4} \times V}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{(25-20)^\circ\text{C} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 25 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0151 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$(\mu \text{ muai})^2 = (0,0151)^2 = 0,0002 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ volume} &= \sqrt{(\mu \text{ muai})^2 + (\mu \text{ kalibrasi})^2} \\ &= \sqrt{(0,0002) + (0,0104)} \\ &= 0,1032 \text{ mL} \end{aligned}$$

2. Ketidakpastian Pipet ukur 10 mL \pm 0,1 mL

$$\mu \text{ kal} = \frac{s}{\sqrt{k}} = \frac{0,1}{\sqrt{6}} = 0,0408 \text{ mL}$$

$$(\mu \text{ kal})^2 = (0,0408)^2 = 0,0016 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ muai} &= \frac{\Delta T \times 2,1 \times 10^{-4} \times V}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{(25-20)^\circ\text{C} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 10 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0061 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$(\mu \text{ muai})^2 = (0,0061)^2 = 0,000036 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ volume} &= \sqrt{(\mu \text{ muai})^2 + (\mu \text{ kalibrasi})^2} \\ &= \sqrt{(0,000036) + (0,0016)} \\ &= 0,04127 \text{ mL} \end{aligned}$$

3. Ketidakpastian Faktor Pengenceran

$$\begin{aligned} \mu \text{ Fp} &= \sqrt{a^2 + b^2} \\ &= \sqrt{(0,1032)^2 + (0,04127)^2} \end{aligned}$$

$$= 0,111146$$

4. Ketidakpastian Pengulangan

$$\begin{aligned} \mu \text{ pengulangan sirup} &= \frac{SD}{\sqrt{n}} \\ &= \frac{2,102 \text{ mg/L}}{\sqrt{7}} \\ &= 0,7944 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Konsentrasi (mg/L)	Yi	Yc	(Yi-Yc) ²
0	0,00687	0,0066	7,29E-08
100	0,1971	0,2066	9,025E-05
200	0,40882	0,4066	4,9284E-06
300	0,60634	0,6066	6,76E-08
400	0,82809	0,8066	0,00046182
500	0,98549	1,0066	0,000445632
		Σ	0,001002771

$$\begin{aligned} \text{Standar Deviasi} &= \sqrt{\frac{\sum(Yi-Yc)^2}{n-2}} \\ &= \sqrt{\frac{0,001002771}{6-2}} \\ &= 0,015833281 \end{aligned}$$

5. Sampel minuman Sirup

Ketidakpastian baku konsentrasi Siklomat

Sampel	Kadar rata-rata (mg/Kg)	Σ (Xi-Xrata-rata) ²
Sirup	163,148809	26,50690922

$$\text{Standar Deviasi} = \sqrt{\frac{\sum(Xi-Xrerata)^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{26,50690922}{7-1}}$$

$$= 2,101860653$$

$$\mu \text{ pengulangan} = \frac{\text{standar deviasi}}{\sqrt{n}}$$

$$= \frac{2,101860653}{\sqrt{7}}$$

$$= 0,794428654$$

$$S_x = \frac{S_{y/x}}{\text{slope}} \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \left(\frac{y_{\text{sampel}} - y_{\text{standar}}}{b^2 \sum (X_i - X_i \text{ Rerata})^2}\right)^2}$$

$$= \frac{0,0158}{0,002} \sqrt{\frac{1}{7} + \frac{1}{6} + \left(\frac{(0,169915714 - 0,505451667)}{0,000004(175000)^2}\right)^2}$$

$$= 7,9 \sqrt{0,142857143 + 0,166666667 + \left(\frac{-0,335535952}{0,7}\right)^2}$$

$$= 7,9 \sqrt{0,142857143 + 0,166666667 + 0,229764031}$$

$$= 7,9 \sqrt{0,539287841}$$

$$= 5,80146138$$

Ketidakpastian gabungan

$$\frac{\mu \text{ Gab}}{c} = \sqrt{\left(\frac{S_x}{x}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ pengulangan}}{\text{pengulangan}}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ Fp}}{\text{Fp}}\right)^2}$$

$$\frac{\mu \text{ Gab}}{163,148809} = \sqrt{\left(\frac{5,8015}{163,148809}\right)^2 + \left(\frac{0,7944}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,111146}{5}\right)^2}$$

$$\frac{\mu \text{ Gab}}{163,148809} = \sqrt{0,63282998}$$

$$\mu \text{ gabungan} = 0,795506115 \times 163,148809$$

$$\mu \text{ gabungan} = 129,7858753$$

ketidakpastian diperluas

$$\begin{aligned}U &= \mu \text{ gabungan } \times k \\ &= 129,7858753 \times 2 \\ &= 259,5717506\end{aligned}$$

Penyumbang ketidakpastian

deskripsi	Nilai (x)	Satuan	Ketidakpastian Baku u(x)	Ketidakpastian baku relatif u(x)/x
konsentrasi	81,6578	mg/L	5,8015	0,0710
pengulangan	1	-	0,0128	0,0128
Faktor pengenceran	5	-	0,1111	0,0222
			$\Sigma u(x)/x$	0,106

Kontribusi ketidakpastian masing – masing sumber

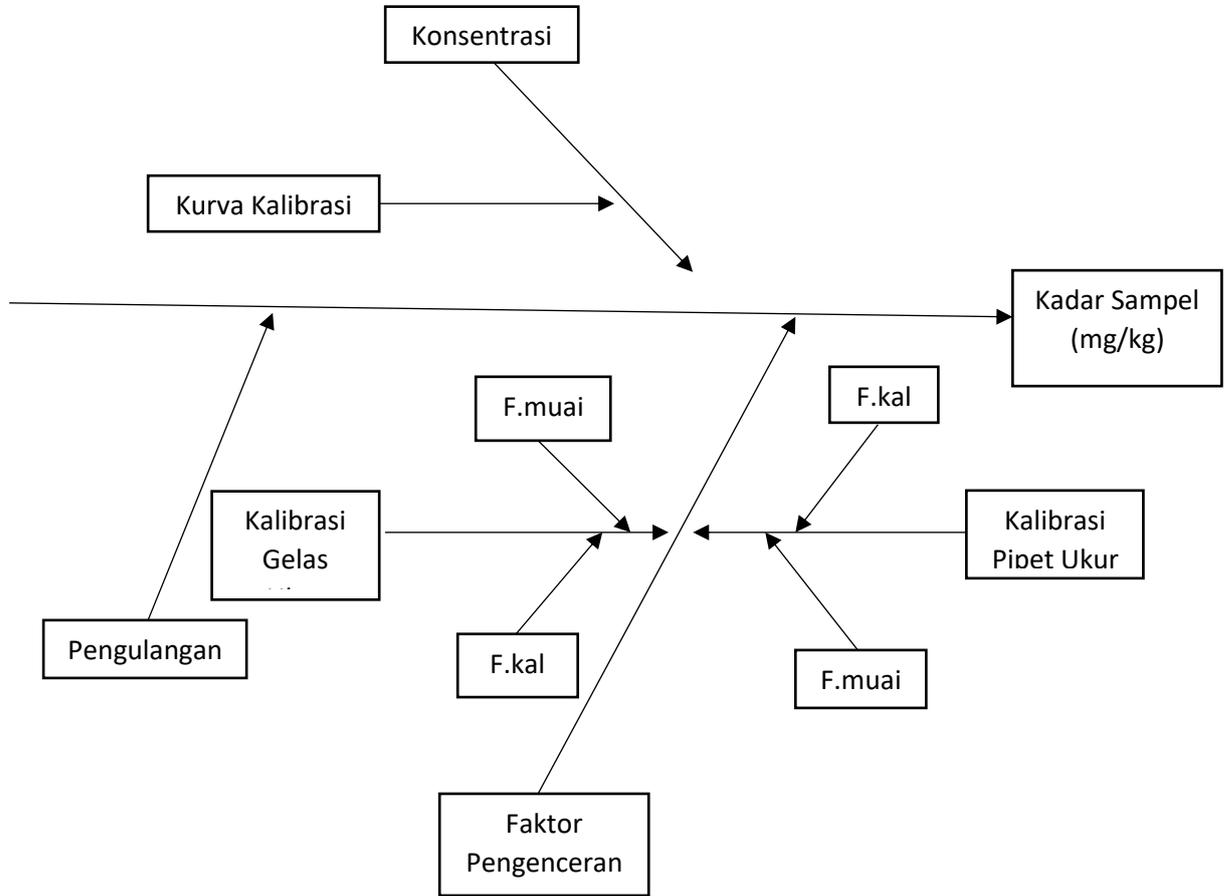
$$\text{Rumus} = \frac{ux}{\Sigma} \times 100\%$$

$$\begin{aligned}\text{Konsentrasi} &= \frac{0,0710}{0,106} \times 100\% \\ &= 66,98 \%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Pengulangan} &= \frac{0,1128}{0,106} \times 100\% \\ &= 12,07\%\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\text{Faktor pengenceran} &= \frac{0,0222}{0,106} \times 100\% \\ &= 20,94\%\end{aligned}$$

Diagram Tulang Ikan koreksi blangko



1. Ketidakpastian Gelas ukur 25 mL \pm 0,25 mL

$$\mu \text{ kal} = \frac{s}{\sqrt{k}} = \frac{0,25}{\sqrt{6}} = 0,1021 \text{ mL}$$

$$(\mu \text{ kal})^2 = (0,1020)^2 = 0,0104 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ muai} &= \frac{\Delta T \times 2,1 \times 10^{-4} \times V}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{(25-20)^\circ\text{C} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 25 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0151 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$(\mu \text{ muai})^2 = (0,0151)^2 = 0,0002 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ volume} &= \sqrt{(\mu \text{ muai})^2 + (\mu \text{ kalibrasi})^2} \\ &= \sqrt{(0,0002) + (0,0104)} \\ &= 0,1032 \text{ mL} \end{aligned}$$

2. Ketidakpastian Pipet ukur 10 mL \pm 0,1 mL

$$\mu \text{ kal} = \frac{s}{\sqrt{k}} = \frac{0,1}{\sqrt{6}} = 0,0408 \text{ mL}$$

$$(\mu \text{ kal})^2 = (0,0408)^2 = 0,0016 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ muai} &= \frac{\Delta T \times 2,1 \times 10^{-4} \times V}{\sqrt{3}} \\ &= \frac{(25-20)^\circ\text{C} \times 2,1 \times 10^{-4} \times 10 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0061 \text{ mL} \end{aligned}$$

$$(\mu \text{ muai})^2 = (0,0061)^2 = 0,000036 \text{ mL}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ volume} &= \sqrt{(\mu \text{ muai})^2 + (\mu \text{ kalibrasi})^2} \\ &= \sqrt{(0,000036) + (0,0016)} \\ &= 0,04127 \text{ mL} \end{aligned}$$

3. Ketidakpastian Faktor Pengenceran

$$\begin{aligned} \mu \text{ Fp} &= \sqrt{a^2 + b^2} \\ &= \sqrt{(0,1032)^2 + (0,04127)^2} \end{aligned}$$

$$= 0,111146$$

4. Ketidakpastian Pengulangan

$$\begin{aligned} \mu \text{ pengulangan Zero} &= \frac{SD}{\sqrt{n}} \\ &= \frac{2,102 \text{ mg/L}}{\sqrt{7}} \\ &= 0,7944 \text{ mg/L} \end{aligned}$$

Konsentrasi (mg/L)	Yi	Yc	(Yi-Yc) ²
0	0	-0,0002	0,00000004
100	0,190225	0,1998	9,16806E-05
200	0,401945	0,3998	4,60102E-06
300	0,599465	0,5998	1,12225E-07
400	0,821215	0,7998	0,000458602
500	0,978615	0,9998	0,000448804
		Σ	0,00100384

$$\begin{aligned} \text{Standar Deviasi} &= \sqrt{\frac{\Sigma(Yi-Yc)^2}{n-2}} \\ &= \sqrt{\frac{0,00100384}{6-2}} \\ &= 0,01584172 \end{aligned}$$

5. Sampel minuman Sirup

Ketidakpastian baku konsentrasi Siklalat

Sampel	Kadar rata-rata (mg/Kg)	$\Sigma (Xi-X\text{rata-rata})^2$
Sirup	163,0788805	26,50690922

$$\text{Standar Deviasi} = \sqrt{\frac{\Sigma(Xi-X\text{rerata})^2}{n-1}}$$

$$= \sqrt{\frac{26,50690922}{7-1}}$$

$$= 2,101860653$$

$$\mu \text{ pengulangan} = \frac{\text{standar deviasi}}{\sqrt{n}}$$

$$= \frac{2,101860653}{\sqrt{7}}$$

$$= 0,794428654$$

$$S_x = \frac{S_{y/x}}{\text{slope}} \sqrt{\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \left(\frac{y_{\text{sampel}} - y_{\text{standar}}}{b^2 \sum (X_i - X_i \text{ Rerata})^2}\right)^2}$$

$$= \frac{0,0158}{0,002} \sqrt{\frac{1}{7} + \frac{1}{6} + \left(\frac{(0,163045714 - 0,4985775)}{0,000004(175000)^2}\right)^2}$$

$$= 7,9 \sqrt{0,142857143 + 0,166666667 + \left(\frac{-0,335531786}{0,7}\right)^2}$$

$$= 7,9 \sqrt{0,142857143 + 0,166666667 + 0,229758325}$$

$$= 7,9 \sqrt{0,539282135}$$

$$= 5,801430689$$

Ketidakpastian gabungan

$$\frac{\mu \text{ Gab}}{c} = \sqrt{\left(\frac{S_x}{x}\right)^2 + \left(\frac{\mu \text{ pengulangan}}{\text{pengulangan}}\right)^2 + \left(\frac{\mu F_p}{F_p}\right)^2}$$

$$\frac{\mu \text{ Gab}}{163,0788805} = \sqrt{\left(\frac{5,8014}{163,0788805}\right)^2 + \left(\frac{0,7944}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,111146}{5}\right)^2}$$

$$\frac{\mu \text{ Gab}}{163,0788805} = \sqrt{0,632831021}$$

$$\mu \text{ gabungan} = 0,79550677 \times 163,0788805$$

$$\mu \text{ gabungan} = 129,7303534$$

ketidakpastian diperluas

$$\begin{aligned}
 U &= \mu \text{ gabungan } \times k \\
 &= 129,7303534 \times 2 \\
 &= 259,4607069
 \end{aligned}$$

Penyumbang ketidakpastian

deskripsi	Nilai (x)	Satuan	Ketidakpastian Baku u(x)	Ketidakpastian baku relatif u(x)/x
konsentrasi	81,6578	mg/L	5,8015	0,0710
pengulangan	1	-	0,0128	0,0128
Faktor pengenceran	5	-	0,1111	0,0222
			$\sum u(x)/x$	0,106

Kontribusi ketidakpastian masing – masing sumber

$$\text{Rumus} = \frac{ux}{\Sigma} \times 100\%$$

$$\begin{aligned}
 \text{Konsentrasi} &= \frac{0,0710}{0,106} \times 100\% \\
 &= 66,98 \%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Pengulangan} &= \frac{0,1128}{0,106} \times 100\% \\
 &= 12,07\%
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{Faktor pengenceran} &= \frac{0,0222}{0,106} \times 100\% \\
 &= 20,94\%
 \end{aligned}$$