

LAPORAN TUGAS AKHIR

PENENTUAN ETANOL PADA MINUMAN BERALKOHOL JENIS VODKA DENGAN KROMATOGRAFI GAS

**Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Derajat Ahli
Madya Sains (A.,Md.,Si) di Program Studi D III Analisis Kimia**



Disusun Oleh:
Olfia Ryzki Yoga Kusuma
NIM : 17231019

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

2020

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENENTUAN ETIL ALKOHOL ETANOL PADA MINUMAN
BERALKOHOL JENIS VODKA DENGAN KROMATOGRAFI GAS**

**DETERMINATION OF ETHANOL IN VODKA ALCOHOLIC
BEVERAGES WITH GAS CHROMATOGRAPHY**

**Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh Derajat Ahli
Madya Sains (A.,Md.,Si) di Program Studi D III Analisis Kimia**



Disusun Oleh:

Olfia Ryzki Yoga Kusuma

NIM : 17231019

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

2020

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENENTUAN ETANOL PADA MINUMAN BERALKOHOL JENIS
VODKA DENGAN KROMATOGRAFI GAS**

Dipersiapkan dan disusun oleh:
Olfia Ryzki Yoga Kusuma
NIM: 17231019

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir
Program Studi DIII Analisis Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Indoensia
pada tanggal 19 November 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi

Pembimbing



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



Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc
NIK. 132311101



HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**PENENTUAN ETANOL PADA MINUMAN BERALKOHOL JENIS
VODKA DENGAN KROMATOGRAFI GAS**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Olfia Ryzki Yoga Kusuma

NIM: 17231019

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 19 November 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/ Penguji



Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc

NIK. 132311101

Penguji I



Muhaimin, M.Sc.

NIK. 156141305

Penguji II



Febi Indah Fajarwati, S.Si., M.Sc.

NIK. 156121311

Mengetahui,

Dekan Fakultas MIPA UII



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya sebagai penulis menyatakan bahwa penulisan Laporan Tugas Akhir ini yang berjudul “Penentuan Etanol pada Minuman Beralkohol Jenis Vodka dengan Kromatografi Gas” berdasarkan hasil penelitian yang saya lakukan dan yang saya ketahui penulisan ini tidak ditemukan pada Laporan Tugas Akhir lainnya. Jika terdapat karya tulis yang telah di lakukan oleh orang lain, maka akan saya cantumkan sumber tersebut pada daftar pustaka.



Yogyakarta, 27 November 2020
Penyusun



Olfia Ryzki Yoga Kusuma

MOTTO

“Inna Ma’al-usri Yusroo”
Sesungguhnya bersama kesulitan pasti ada kemudahan

“Sebaik-baiknya manusia adalah yang paling bermanfaat untuk manusia lain”
(HR.Ahmad)

“Saat kita memperbaiki hubungan dengan Allah,niscaya Allah akan memperbaiki
sesuatunya untuk kita”
(Dr.Bilal Phillips)

“Mengabdikan ke pelosok negeri adalah salah satu cara untuk bersyukur”
(Penulis)

“Pertanggungjawabkan pilihanmu dan coba ingat niat awal kenapa kamu
memilihnya”
(Penulis)



HALAMAN PERSEMBAHAN

Bismillahirrahmanirahim

Alhamdulillahirabbil'alamin...

Rasa syukur yang saya haturkan kepada Allah SWT atas berkah, rahmat, hidayah serta pertolongan-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan masa perkuliahan ini hingga Tugas Akhir serta mendapat gelar Ahli Madya Science (Amd.Si). KarenaNya saya menjadi pribadi yang dapat berfikir, berilmu, beriman, bersyukur ,bersabar,dan belajar untuk ikhlas hingga detik ini. Semoga gerbang perjalanan ini menjadi salah satu langkah awal saya untuk dapat menjadi manusia yang lebih baik lagi,dan dapat mempertanggungjawabkan segala hal yang saya peroleh dan saya dapat bermanfaat untuk sesama AAMIIN.

Orang-orang luar biasa yang sangat saya cintai

Karya sederhana ini saya persembahkan untuk orang-orang luar biasa yang saya cintai yaitu keluarga saya. Teruntuk ibu terimakasih telah mengajarkan saya untuk mejadi wanita yang sabar,kuat,ikhlas,dan baik kepada siapapun. Terimakasih udah setegar sekuat ini dan terimakasih untuk semua pengorbanan yang telah ibu berikan. Teruntuk ayah terimakasih buat semua pengorbanan dan kerja kerasnya. Terimakasih telah menjadi pelindung buat keluarga. Dan teruntuk adik saya tercinta,terimakasih yaa selama ini sudah menjadi teman terbaik dalam menghadapi segala rintangan yang ada. Banyak terimakasih yang ingin saya ucapkan kepada keluarga saya tercinta yang telah mendukung diberbagai situasi,memberikan nasehat,sehingga menjadikan saya manusia yang lebih baik lagi, yang senantiasa saya jadikan motivasi untuk tetap kuat,tegar,dan semangat menghadapi rintangan yang ada. Terimakasih Ya Allah telah memberikan saya keluarga sederhana tetapi sangat istimewa.

Kepada Dosen, Staff Program Studi DIII Analisis Kimia dan Almamater UII

Terima kasih saya ucapkan kepada semua Dosen dan jajaran staff ahli Program Studi DIII Analisis Kimia atas kesabaran,keihlasan untuk menyampaikan ilmu dunia dan ilmu akhirat. Terimakasih telah mengajarkan banyak hal,tidak melulu soal ilmu pengetahuan,tetapi juga ilmu kehidupan yang nantinya bisa menjadi bekal saya untuk menghadapi dunia kerja atau kerasnya kehidupan yang fana ini.

Terimakasih saya ucapkan kepada dosen pembimbing yang selama ini memiliki andil besar atas keberhasilan penelitian dan penyusunan tugas akhir ini. Terimakasih telah mengajari saya banyak hal,mendampingi dan membimbing saya dengan ikhlas dan sabar.

Terimakasih untuk almamaterku Program Studi DIII Analisis Kimia Universitas Islam Indonesia yang telah banyak memberikan ilmu,wawasan,dan bekal untuk kehidupan yang akan datang.

Keluarga besar Laboratorium Bea dan Cukai Jakarta

Terimakasih kepada pembimbing PKL di bea cukai yang telah memberikan wawasan baru dan selama telah ini membimbing saya dengan sabar. Terimakasih juga saya ucapkan untuk kakak-kakak bea cukai yang sangat baik dan telah memberikan ilmu serta kenangan indah.

Teman-teman seperjuangan

Selama saya kuliah alhamdulillah saya dipertemukan dengan teman-teman yang luar biasa, dari berbagai latar belakang,dan kepribadian,namun dari merekalah saya banyak belajar bahwa setiap orang punya proses dan perjuangan yang berbeda-beda. Teruntuk Mutia terimakasih buat semua kebaikannya, terimakasih telah mau menghabiskan waktu bersama saya,mulai dari main bareng hingga PKL di Jakarta dan telah mengajarkan saya banyak hal mengenai arti kehidupan. Teruntuk Oca terimakasih buat semua kebaikan,nasehat,dan telah menghibur saya dengan tingkah anehnya selama di Jakarta. Terimakasih juga saya ucapkan kepada bidadari yaitu Fahima teman se kos,se bimbingan yang selama ini telah banyak menghabiskan waktu bersama saya selama 1 tahun terakhir ini hingga menciptakan kenangan yang

sangat indah. Teruntuk Ayu Annisa terimakasih telah menjadi teman yang memberikan banyak pelajaran. Dan teruntuk keluarga kedua saya di Jogja yaitu Komunitas Bakti Desa UII terimakasih telah membuat waktu luang saya selama kuliah lebih bermanfaat dan terimakasih telah meberikan pelajaran tentang arti keihlasan,kesabaran,kebersamaan,dan saing menghargai.



KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmanirrahiim,

Assalamu'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Puji syukur di haturkan kepada Allah SWT karena berkat Rahmat dan Karunia-Nya lah penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berjudul "Penentuan Etanol pada Minuman Beralkohol Jenis Vodka dengan Kromatografi Gas". Adapun tujuan penulisan laporan tugas akhir ini adalah sebagai salah satu syarat kelulusan dari Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Universitas Islam Indonesia (UII) dan dapat pula sebagai referensi penambah wawasan bagi penulis sendiri dan pembaca. Terdapat bantuan dari berbagai pihak dalam penyelesaian penulisan laporan tugas akhir ini.

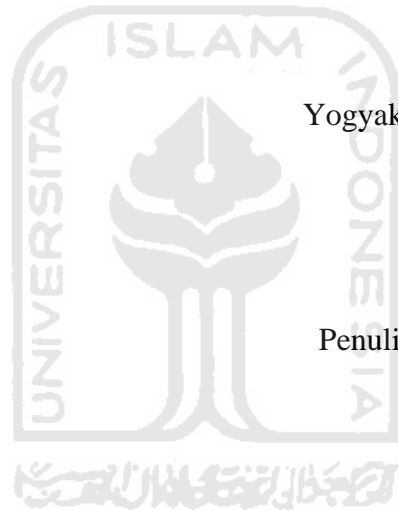
Adanya kesempatan kali ini penulis akan mengucapkan rasa terima kasih kepada :

1. Prof Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D., Dekan Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
2. Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. Ketua Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematikda dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Bayu Wiyantoko, S.Si., M.Sc Dosen pembimbing Tugas Akhir yang telah memberikan bimbingan,nasehat,saran serta ilmunya. Semoga segala bimbingan, saran dan nasihat yang beliau berikan dapat menjadi ladang amal di sisi Allah SWT.
4. Wisnu Yuwandono,ST pembimbing PKL di instansi yang banyak memberikan bimbingan, saran dan nasihat.
5. Mohammad Saptari selaku Kepala Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas 1 Jakarta
6. Seluruh analis komoditi I, II, III, IV, dan V serta jajaran staff Balai Laboratorium Bea dan Cukai Jakarta.
7. Seluruh Dosen dan Staff Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia yang telah membantu dan memberikan ilmu nya

8. Kedua orangtua serta keluarga saya yang selalu memberikan dukungan baik moril maupun materi atas apa yang saya perjuangkan.
9. Teman-teman dan semua pihak yang telah membantu dalam penyusunan laporan ini yang tidak dapat penulis sebutkan satu persatu.

Penulis sangat menyadari bahwa laporan tugas akhir yang telah tersusun ini masih jauh dari kata sempurna, baik dari segi penyusunan, bahasa ataupun cara penulisannya. Oleh karena itu, adanya kritik dan saran yang bersifat membangun sangat penulis nantikan demi penyusunan laporan tugas akhir yang lebih baik.

Wassalamu'alaikum warahmatullahi wabarakaatuh



Yogyakarta, 19 November 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN PENGESAHAN	iii
PERNYATAAN	v
MOTTO	vi
HALAMAN PERSEMBAHAN	vii
KATA PENGANTAR	x
DAFTAR GAMBAR	xiii
DAFTAR TABEL	xiv
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	3
1.4. Manfaat	3
BAB II	4
TINJAUAN PUSTAKA	4
2.2. Minuman Beralkohol	7
2.3. Etanol	8
2.4. Evaporasi	9
2.5. Destilasi	10
2.6. Kromatografi Gas FID	12
2.7. Validasi Metode	15
BAB III	17
METODE PENELITIAN	17
3.1 Alat	17
3.2 Bahan	17
1.3. Prosedur Kerja	17
1.3.1 Preparasi Sampel	17
1.3.2 Penentuan Kadar Etanol dengan Gas Chromatography (GC)	17
1.3.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi	18
1.3.4 Validasi Metode	18

BAB IV	21
HASIL DAN PEMBAHASAN	21
4.1. Penentuan Kadar Etanol dengan Kromatografi Gas FID.....	21
4.2. Resolusi.....	26
4.3. Limit Of Detection (LOD) dan Limit Of Quantitation (LOQ).....	27
4.4. Penentuan Presisi	28
4.5. Penentuan Akurasi	30
4.6. Penentuan Estimasi Ketidakpastiaan.....	31
BAB V.....	35
KESIMPULAN DAN SARAN	35
1.1 Kesimpulan	35
1.2 Saran.....	35
DAFTAR PUSTAKA	36



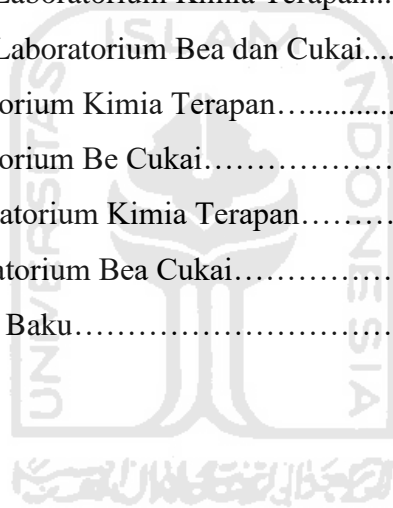
DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1. Struktur Organisasi Balai Laboratorium Bea dan Cukai.....	5
Gambar 2.2. Struktur Kimia Etanol	9
Gambar 2.3. Seperangkat Alat Destilasi.....	11
Gambar 2.4. Kromatografi Gas	13
Gambar 4.1. Kurva Kalibrasi Penentuan Kadar Etanol.....	24
Gambar 4.2. Diagram Tulang Ikan Penentuan Kadar Etanol Sampel Vodka.....	33
Gambar 4.3. Diagram Penyumbang Ketidakpastian Baku.....	34



DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Jenis Minuman Alkohol	8
Tabel 3.1 Optimasi GC FID	17
Tabel 4.1 Penentuan Kurva Kalibrasi Laboratorium Kimia Terapan	22
Tabel 4.2 Penentuan Kurva Kalibrasi Laboratorium Bea dan Cukai	22
Tabel 4.3 Perbandingan Hasil Pengukuran Laboratorium KT dan BC	23
Tabel 4.4 Hasil Kadar Etanol dengan GC Laboratorium Kimia Terapan	25
Tabel 4.5 Hasil Kadar Etanol dengan GC Laboratorium Bea Cukai	25
Tabel 4.6 Resolusi Laboratorium Kimia Terapan	26
Tabel 4.7 Resolusi Laboratorium Bea dan Cukai	27
Tabel 4.8 LOD dan LOQ Laboratorium Kimia Terapan	28
Tabel 4.9 LOD dan LOQ Laboratorium Bea dan Cukai	28
Tabel 4.10 Presisi Laboratorium Kimia Terapan	29
Tabel 4.11 Presisi Laboratorium Bea Cukai	29
Tabel 4.12 Akurasi Laboratorium Kimia Terapan	30
Tabel 4.13 Akurasi Laboratorium Bea Cukai	30
Tabel 4.14 Ketidakpastian Baku	33



PENENTUAN *ETANOL* PADA MINUMAN BERALKOHOL JENIS VODKA DENGAN KROMATOGRAFI GAS

Olfia Ryzki Yoga Kusuma

Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia

Jl. Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email : olfiaryzki29@gmail.com

INTISARI

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kadar etanol dan untuk mengetahui kesesuaian dari hasil pengembangan metode analisis tidak baku. Penentuan kadar etano dilakukan di laboratorium Kimia Terapan dan Balai Laboratorium Bea dan Cukai Kelas 1 Jakarta dengan mengukur kadar etanol menggunakan kromatografi gas dan dengan parameter linearitas, presisi, akurasi, limit deteksi (LOD), limit kuantisasi (LOQ), dan estimasi ketidakpastian pengukuran. Hasil penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas di laboratorium kimia terapan yaitu sebesar 0,0888%; 0,0909%; 0,0762%; 0,0672%; 0,0707% dengan rata-rata 0,0787%, sedangkan nilai kadar etanol yang diperoleh di laboratorium Bea dan Cukai yaitu sebesar 0,0881%; 0,0851%; 0,0901%; 0,0893%; dan 0,0882% dengan rata-rata 0,0882%. sedangkan nilai kadar etanol yang terdapat pada kemasan sampel sebesar 19%. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa hasil penentuan nilai kadar etanol menggunakan kromatografi gas hasilnya kurang baik. Estimasi ketidakpastian dari penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas di laboratorium kimia terapan yaitu $0,0787 \pm 0,0007$ dan hasil estimasi ketidakpastiaan di laboratorium bea dan cukai sebesar $0,0882 \pm 0,0007$.

Kata Kunci : Minuman beralkohol vodka, Kromatografi Gas

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Minuman beralkohol merupakan minuman yang didalamnya terdapat kandungan etanol yang diproses dari bahan hasil pertanian yang terdapat karbohidrat yang difermentasi dan destilasi atau fermentasi tanpa destilasi, baik dengan cara memberikan perlakuan terlebih dahulu ataupun tidak, menambahkan bahan lain maupun dengan cara mencampur konsentrat dengan alkohol atau dengan cara pengenceran minuman yang mengandung alkohol. Jenis – jenis minuman beralkohol ada berbagai macam yaitu wine, brandy, whisky, champagne, jagermeister, sake, rum, absinthe, dan vodka (Didinkaem, 2006). Vodka merupakan minuman yang diperoleh dari proses penyulingan cairan yang mengandung alkohol (*liquior*) hasil peragian biji-bijian (*grain*) dan setelah proses penyulingan ditambahkan arang atau karbon aktif (Permenperin, 2012).

Berdasarkan Permenkes RI No.86/Menkes/Per/IV/77 minuman keras yang dimaksud yaitu semua jenis minuman beralkohol yang meliputi minuman keras golongan A dengan kadar alkohol 1-5%, minuman keras golongan B dengan kadar alkohol 5-20%, dan minuman keras golongan C dengan kadar alkohol 20-55% tetapi tidak termasuk jenis yang digunakan untuk obat (Mardoni, 2006). Alkohol adalah suatu senyawa kimia yang mengandung gugus –OH. Umumnya alkohol yang terdapat didalam minuman beralkohol yaitu etil akohol atau etanol. Proses pembuatan alkohol yaitu dengan cara fermentasi madu, sari buah, atau umbi-umbian (Dewi, 2008).

Minuman beralkohol saat ini menjadi salah satu objek permasalahan yang ada di Indonesia. Penggunaan alkohol sudah dikenal luas oleh berbagai kalangan, selain itu juga banyak produsen illegal yang memproduksi alkohol dengan kadar lebih dari 55% sehingga banyak sekali kasus keracunan akut maupun kronis akibat mengkonsumsi alkohol yang kadarnya terlalu tinggi. Pengujian kadar alkohol sangat perlu dilakukan karena saat ini banyak sekali minuman beralkohol illegal yang beredar dimasyarakat yang kandungan

etanolnya tidak sesuai dengan aturan dari Badan Pengawas Obat dan Makanan yaitu tidak boleh melebihi 55%. Penentuan kadar etanol dalam minuman beralkohol dapat dilakukan dengan metode kromatografi gas (Budiastra,2009). Penentuan etanol pada produk minuman beralkohol jenis vodka merupakan salah satu pengujian rutin yang dilakukan di balai laboratorium bea dan cukai kelas 1 Jakarta, karena sesuai dengan tugas pokok dari bea cukai yaitu melakukan pengujian dan identifikasi barang untuk tujuan kepabeanan dan cukai. Oleh karena itu perlu dilakukan validasi metode pada penentuan kadar etanol dalam minuman beralkohol untuk mengetahui keakuratan metode yang digunakan.

Validasi metode analisis adalah suatu perlakuan yang penting terhadap parameter tertentu, berdasarkan penelitian di laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan dan layak untuk digunakan (Harmita,2004). Validasi metode merupakan konfirmasi yang dilakukan melalui pengujian dengan bukti yang ditunjukkan berupa data yang objektif dan sesuai dengan kriteria keberterimaan. Validasi dapat dilakukan pada metode yang sedang dikembangkan atau metode non baku (Riyanto, 2014).

Parameter penting yang harus dilakukan dalam validasi yaitu meliputi akurasi, presisi, limit kuantisasi (LOQ), limit deteksi (LOD), sensitifitas, selektivitas, kekuatan metode (robustness) dan ketidakpastiaan (Anwar, 2007). Namun, parameter yang dilakukan pada setiap pengujian berbeda-beda tergantung pada kebutuhannya. Penelitian ini lebih fokus pada analisis kadar etanol dengan metode kromatografi gas.

Metode kromatografi gas merupakan metode yang digunakan untuk melakukan pemisahan dan identifikasi jenis senyawa organik yang mudah menguap. Penentuan kadar etanol pada sampel minuman keras dapat dilakukan dengan metode kromatografi gas. Metode ini mampu memisahkan zat-zat organik kompleks, sehingga dapat digunakan dalam penentuan kadar etanol (Mardoni, 2009).

1.2. Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang diatas, dapat ditarik rumusan masalah sebagai berikut :

1. Berapa kadar etanol yang terdapat dalam sampel minuman beralkohol jenis vodka dengan Kromatografi Gas di laboratorium kimia terapan dan laboratorium bea cukai?
2. Bagaimana perbandingan uji kadar etanol dengan Kromatografi Gas di laboratorium kimia terapan dan laboratorium bea cukai

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini sebagai berikut :

1. Mengetahui kadar etanol pada sampel dengan metode Kromatografi Gas di laboratorium kimia terapan dan laboratorium bea cukai
2. Mengetahui perbandingan hasil pengujian kadar etanol di laboratorium kimia terapan dan laboratorium bea cukai

1.4. Manfaat

Manfaat yang didapatkan dari penelitian ini sebagai berikut :

1. Bagi mahasiswa (peneliti)
Penelitian ini diharapkan dapat menambah wawasan mengenai kandungan etanol dalam minuman beralkohol dengan metode Kromatografi Gas.
2. Bagi ilmu pengetahuan
Penelitian ini diharapkan dapat dijadikan rujukan untuk penelitian mengenai kadar etanol dalam minuman beralkohol jenis vodka menggunakan Kromatografi Gas.

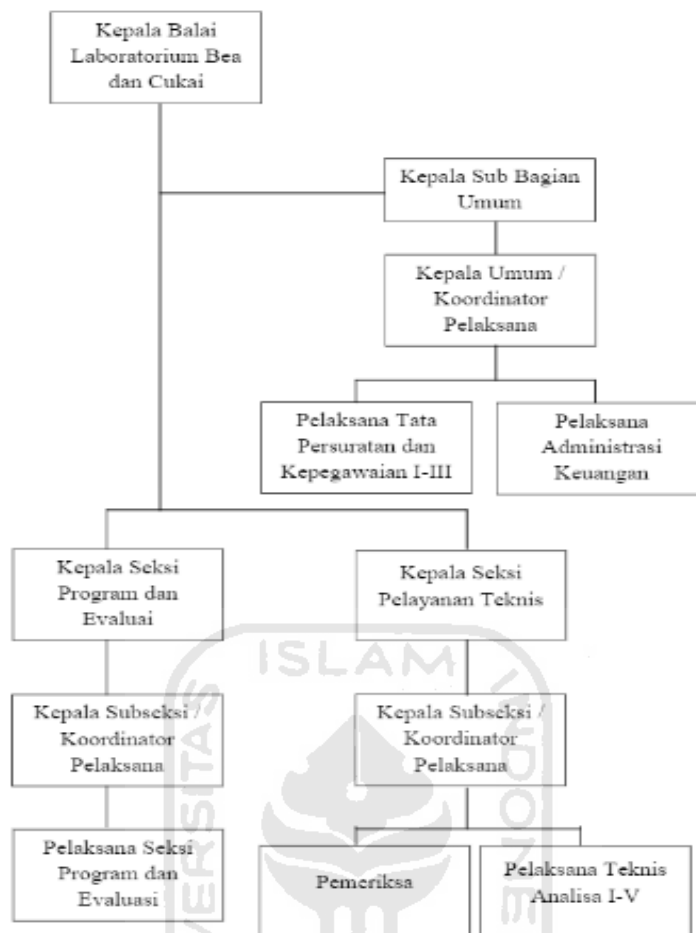
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Profil Instansi

Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 Jakarta berdiri berdasarkan surat Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia No. 784/KMK.01/1990 pada tahun 1990 yang merupakan unit pelaksana teknis yang bertanggung jawab serta menangani dalam bidang identifikasi dan pengujian barang. Berdasarkan sejarahnya, instansi ini telah mengalami 2 kali pergantian nama. Balai Pengujian dan Identifikasi Barang (BPIB) Tipe A Jakarta merupakan nama pertama instansi sejak didirikan. Selanjutnya pada tahun 2018 berganti menjadi Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 Jakarta dengan bersamaan dikeluarkannya surat Peraturan Menteri Keuangan No. 84/PMK.01/2018. Berdasarkan struktur organisasinya, menurut Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia No. 499/KMK.01/2001 pada tanggal 23 Juli 2001 dan Peraturan Menteri Keuangan No. 84/PMK.01/2018 tentang Organisasi dan Tata kerja Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) berada dibawah dan bertanggung jawab kepada Direktorat Jenderal Bea dan Cukai yang secara teknis fungsional berada di bawah Direktur Teknis Kepabean.

Struktur Organisasi Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC), berdasarkan Keputusan Menteri Keuangan Republik Indonesia No. 499/KMK.01/2001 pada tanggal 23 Juli 2001 adalah sebagai berikut :



Gambar 2.1. Struktur Organisasi Balai Laboratorium Bea dan Cukai

Hingga saat ini Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 Jakarta telah mendapat akreditasi ISO/IEC 17225 : 2005 sebagai laboratorium pengujian sejak tahun 2002, serta telah memenuhi *World Custom Organization Laboratory*.

Parameter pengujian yang termasuk dalam lingkup akreditasi yaitu :

1. Pengujian garam (NaCl)
2. Pengujian polimer
3. Pengujian minuman mengandung etil alcohol (MMEA)
4. Pengujian gula kristal putih
5. Pengujian gula kristal mentah
6. Pengujian gula kristal rafinasi
7. Pengujian Crude Palm Oil (CPO)
8. Pengujian tekstil

9. Pengujian minyak pelumas
10. Pengujian *low alloy steel*

Balai Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 Jakarta sebagai laboratorium pengujian memiliki tugas pokok yaitu melaksanakan pengujian barang secara laboratoris dan/ atau identifikasi barang, dan pengembangan laboratorium berdasarkan peraturan perundang-undangan yang meliputi:

1. Keperluan *Pre Entry Classification* (Penetapan Klasifikasi sebelum Impor);
2. Proses keberatan dan banding;
3. Keperluan audit;
4. Keperluan penyelidikan, penindakan dan penyidikan;
5. Pelayanan kepabeanan dan cukai;
6. Keperluan lain yang oleh Pejabat di lingkungan Direktorat Jenderal Bea dan Cukai dianggap perlu.

Selain itu, Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 juga memiliki tugas lain yaitu melakukan pengujian laboratorium tidak untuk tujuan Kepabeanan dan Cukai, contoh uji berasal dari pengguna jasa eksternal, serta berfungsi untuk:

1. Asistensi teknis terkait pengujian barang secara laboratoris dan/ atau identifikasi barang;
2. Pengelolaan, pemeliharaan, dan perawatan sarana dan prasarana khusus yang berkaitan dengan pengujian barang secara laboratoris;
3. Penyiapan bahan penyusunan standardisasi dan pembakuan metode pengujian barang;
4. Pelaksanaan pengembangan dan pengendalian mutu pengujian;
5. Pelaksanaan urusan keuangan, sumber daya manusia, ketatausahaan, kerumahtanggaan, kepatuhan internal, dan hubungan masyarakat;
6. Penyusunan evaluasi dan pelaporan.

Untuk mempermudah teknis pengujian, maka dibuatlah pembagian sistem kerja di Laboratorium Bea dan Cukai (BLBC) Kelas 1 dengan membentuk 5 komoditi sebagai berikut :

1. Komoditi 1, kategori Bab 1-26 di BTKI yaitu mengerjakan contoh barang mulai dari makhluk hidup, raw material hingga produk siap saji

2. Komoditi 2, kategori Bab 27-39 yaitu mengerjakan pemeriksaan barang barang yang merupakan produk kimia,
3. Komoditi 3, kategori bab 40-83 yaitu mengerjakan umumnya barang barang yang sudah jelas bentuk dan komponen utamanya (barang jadi)
4. Komoditi 4, mengerjakan pemeriksaan barang lartas, bahan narkotika, psikotropika, prekursor (NPP), dan zat new psychosctive substances (NPS)
5. Komoditi 5, kategori bab 12, 23, dan 38 yaitu mengerjakan pemeriksaan CPO dan produk turunannya.

2.2. Minuman Beralkohol

Minuman beralkohol merupakan minuman yang didalamnya mengandung etanol atau etil alkohol (C_2H_5OH) yang berasal dari hasil pertanian yang mengandung karbohidrat dan diproses dengan cara destilasi dan fermentasi (Permenrindag, 2014). Berdasarkan Peraturan Menteri Perindustrian Republik Indonesia Nomor 71/M-IND/PER/7/2012 Tentang Pengendalian dan Pengawasan Indsutri Minuman Beralkohol, minuman beralkohol dapat digolongkan menjadi 3 golongan yaitu :

- 1.1.1. Minuman Beralkohol Golongan A Minuman Beralkohol Golongan A adalah minuman beralkohol dengan kadar etanol (C_2H_5OH) 1 % (satu perseratus) sampai dengan 5 % (lima perseratus).
- 1.1.2. Minuman Beralkohol Golongan B Minuman Beralkohol Golongan B adalah minuman beralkohol dengan kadar etanol (C_2H_5OH) lebih dari 5 % (lima perseratus) sampai dengan 20 % (dua puluh perseratus).
- 1.1.3. Minuman Beralkohol Golongan C Minuman Beralkohol Golongan C adalah minuman beralkohol dengan kadar etanol (C_2H_5OH) lebih dari 20 % (dua puluh perseratus) sampai dengan 55 % (lima puluh lima perseratus).

Jenis – jenis produk minuman beralkohol yang beredar di Indonesia seperti yang ditunjukkan pada Tabel 2.1

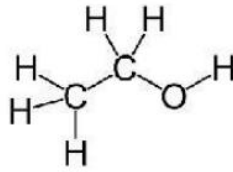
Tabel 2.1 Jenis Minuman Beralkohol

No	Nama Minuman	Sumber	Kadar Alkohol (%)
1	Bir	Bii - bijian (gandum,beras,jagung,sorgum)	4 - 6 %
2	Anggur atau Wine	Anggur	8 - 14 %
3	Rum	Air tebu	40 - 55 %
4	Brandy	Sari buah	40 - 50 %
5	Tuak atau Toddy	Nira	50 - 60 %
6	Vodka	Kentang	35 - 60 %
7	Whisky	Biji – bijian	40 -55 %
8	Gin	Gandum + buah juniper + rempah – rempah	37,50%
9	Tequila	Agave biru	38 - 51 %
10	Soju	Beras	20 - 40 %
11	Ciu	Singkong	30 - 80 %
12	Cider	Apel	4 - 5 %

Sumber : Permenperin 2012

2.3. Etanol

Etanol atau etil alkohol merupakan salah satu jenis alkohol yang berbentuk cairan transparan,mudah terbakar,tidak berwarna,mudah menguap, dengan rumus kimia C_2H_5OH yang diperoleh melalui proses fermentasi karbohidrat dari ragi. Bahan ini dapat memabukkan jika diminum (Mardoni, 2007). Etanol mempunyai struktur kimia CH_3CH_2OH , dengan rumus struktur kimia seperti pada gambar 2.2, etanol juga bersifat polar sehingga dapat digunakan sebagai pelarut untuk berbagai senyawa (Sebayang, 2006). Etanol sering digunakan sebagai pelarut obat, pengawet dalam dunia medis, desinfektan serta digunakan sebagai antidotum (senyawa yang mengurangi atau menghilangkan toksisitas) keracunan metanol dan etilen glikon, hal tersebut dikarenakan etanol merupakan pelarut polar (Simanjuntak, 2009).



Gambar 2.2. Srtuktur Kimia etanol (Sebayang, 2006)

Penggunaan etanol sebagai minuman keras sudah dikenal luas diberbagai kalangan dan dikemas dalam berbagai variasi. Peredaran minuman beralkohol di masyarakat sebenarnya telah diawasi oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) , namun masih banyak minuman beralkohol illegal yang beredar luas di masyarakat, sehingga sering terjadi keracunann akut maupun kronis pada penggunaanya karena kadar etanol pada minuman beralkohol tersebut melebihi batas ijin dari BPOM. Minuman beralkohol dengan kadar etanol melebihi 55% tidak diijinkan beredar oleh BPOM, sehingga BPOM sering melakukan operasi ke lapangan dan mengujinya langsung di di laboratoroium, sehingga dapat diketahui apakah minuman beralkohol tersebut layak beredar atau tidak (Budiastra, 2009).

2.4. Evaporasi

Evaporasi merupakan proses pengental suatu larutan yang dilakukan dengan cara menguapkan atau mendidihkan larutan. Proses evaporasi bertujuan untuk memperkecil volume larutan, menurunkan aktivitas air, dan meningkatkan larutan sebelum proses lebih lanjut (Praptiningsih, 1999). Prinsip kerja evaporasi didasarkan pada perbedaan titik didih zat-zat terlarut dengan pelarutnya. Pelarut yang biasa diuapkan yaitu air,jadi dengan menguapnya air dan tidak menguapnya padatan, maka larutan yang diperoleh akan semakin pekat (Saleh, 2004).

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses evaporasi antara lain (Haryanto dan Masyitah, 2006):

a. Luas Permukaan bidang kontak

Luas permukaan bidang antara cairan dengan pemanas, maka akan semakin banyak molekul air yang teruapkan, sehingga proses evaporasi akan semakin cepat.

b. Tekanan

Kenaikan tekanan akan berbanding lurus dengan kenaikan titik didih cairan, sehingga menyebabkan proses penguapan semakin cepat.

c. Karakteristik Zat Cair

- Konsentrasi
- Pembentukan busa
- Kepekaan terhadap suhu

Evaporator memiliki bagian-bagian antara lain (Gaman, 1994).

1. Alat Pemindah Panas

Berfungsi untuk mensuplai panas

2. Alat Pemisah

Berfungsi untuk memisahkan uap dari cairan yang dikentalkan

3. Alat Pendingin

Berfungsi mengkondensasikan uap dan memisahkannya

2.5. Destilasi

Destilasi merupakan metode pemisahan campuran bahan kimia berdasarkan perbedaan volatilitas bahan dengan titik didih. Proses destilasi menggunakan panas untuk memisahkan campuran, campuran zat yang akan dipisahkan harus dipanaskan hingga menguap, kemudian uap tersebut didinginkan agar berbentuk cairan. Zat yang memiliki titik didih lebih rendah akan lebih cepat menguap. Prinsip dari destilasi yaitu perbedaan antara titik didih dalam campuran zat tersebut. Campuran zat yang memiliki titik didih yang rendah akan lebih cepat menguap. Campuran zat diatur suhunya agar menguap, selanjutnya uap mengalir pada tabung pendingin dan akan terjadi proses pengembunan (Sukri, 1999). Proses destilasi membutuhkan satu perangkat peralatan yang masing-masing memiliki fungsi yang berbeda-beda. Peralatan destilasi yang digunakan sebagai berikut :

2.5.1. Kolom Destilasi

Kolom destilasi berfungsi untuk memisahkan campuran berdasarkan titik didihnya.

2.5.2. Kondensor

Kondensor berfungsi sebagai pendingin untuk mendinginkan produk sehingga berubah menjadi fasa cair.

2.5.3. Reboiler

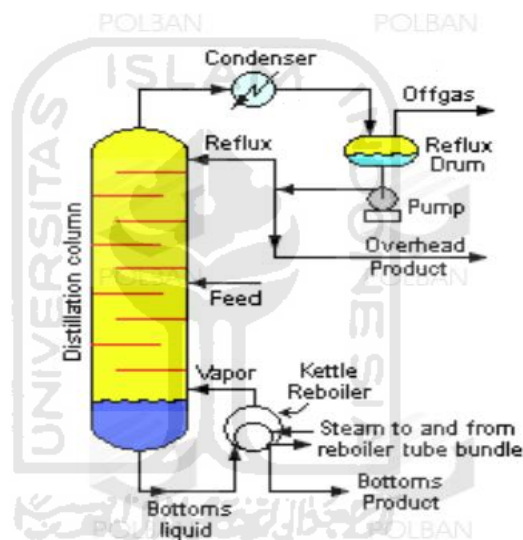
Reboiler digunakan untuk memanaskan produk agar berubah menjadi gas. Gas yang terbentuk akan dipompa kembali menuju kolom destilasi.

2.5.4. Pompa

Pompa berfungsi untuk mengalirkan kondensat sebagai refluks ke kolom destilasi.

2.5.5. Tangki Pengumpul

Tangki pengumpul digunakan untuk menampung hasil pemisahan dari kedua campuran (Christyananta, 2012).



Gambar 2.3. Seperangkat Alat Destilasi (Christyananta, 2012)

Macam – macam destilasi yaitu (Arsyat, 2001):

a. Destilasi Sederhana

Destilasi sederhana merupakan penguapan suatu larutan dengan pemanasan dan diembunkan kembali oleh kondensor.

b. Destilasi Uap

Destilasi yaitu penyulingan senyawa – senyawa volatil yang kurang larut dalam air melalui semburan uap diatas zat campuran, sehingga zat yang lebih volatil akan menyuling uap dan diembunkan sebagai destilat. Senyawa kurang larut dalam air, maka senyawa yang diinginkan dapat

dengan mudah dipisahkan dari air. Destilasi uap biasanya digunakan dalam pembuatan parfum.

c. Destilasi Destruksi

Destilasi destruksi atau destilasi kering yaitu proses penyulingan dari sampel padat dengan pemanasan sampai menguap dan diembunkan kembali. Contohnya pada destilasi batu bara menjadi kokas.

d. Destilasi Fraksional

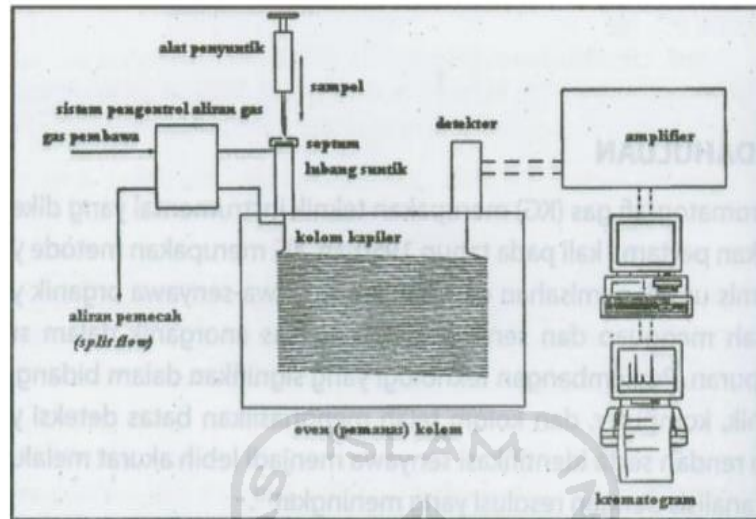
Destilasi fraksional yaitu proses pemisahan kedalam bagian – bagian dengan titik didih yang makin lama makin tinggi. Destilasi ini dapat digunakan untuk campuran dengan perbedaan titik didih kurang dari 20°C. Aplikasi dari destilasi jenis ini biasanya digunakan untuk memisahkan komponen-komponen dalam minyak mentah, minyak atsiri. Destilasi ini menggunakan kolom fraksional, dimana didalam kolom ini terjadi pemanasan secara bertahap dengan suhu yang berbeda-beda pada setiap tahapnya. Tujuannya yaitu untuk pemurnian destilat

2.6. Kromatografi Gas FID

Kromatografi gas adalah suatu metode pemisahan dan pendeteksi senyawa-senyawa yang didasarkan pada perbedaan distribusi komponen-komponen dalam sampel diantara dua fase yaitu fase gerak yang berupa gas pembawa dan fase diam yang berupa kolom. Kegunaan umum dari kromatografi gas yaitu untuk melakukan pemisahan dan identifikasi semua jenis senyawa organik yang mudah menguap dan juga untuk analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa dalam suatu campuran (Hendayana, 2006).

Pemisahan kromatografi gas didasarkan pada titik didih suatu senyawa, fase gerak yang berupa gas akan mengelusi solute dari ujung kolom lalu menghantarkannya ke detektor. Penggunaan suhu yang meningkat (biasanya kisaran 50 -350°C) bertujuan untuk memastikan bahwa solute menguap sehingga akan cepat terelusi. Mekanisme kerja kromatografi gas yaitu gas dalam silinder baja bertekanan tinggi dialirkan melalui kolom yang berisi fase diam, cuplikan yang biasanya dalam bentuk larutan dan berupa campuran akan dipisahkan, lalu disuntikkan kedalam aliran gas, kemudian cuplikan dibawa oleh gas pembawa ke dalam kolom dan di dalam kolom terjadi proses

pemisahan. Komponen-komponen campuran yang telah dipisahkan satu persatu meninggalkan kolom kemudian terdeteksi oleh detektor (Gandjar dan Rohman, 2007).



Gambar 2.4. Diagram Skematik pada Kromatografi Gas (Gandjar dan Rohman, 2007).

Komponen-komponen instrumentasi pada kromatografi gas yaitu :

a. Gas Pengangkut (fase gerak)

Gas pengangkut atau fase gerak ditempatkan dalam tabung silinder dengan tekanan 150 atm. Gas yang sering digunakan sebagai fase gerak dalam kromatografi gas yaitu helium atau argon. Adapun persyaratan suatu gas pengangkut yaitu

- 1) Inert yaitu tidak bereaksi dengan cuplikan, pelarut dan material dari kolom
- 2) Asli dan mudah diperoleh serta murah
- 3) Cocok untuk detector dan harus memenuhi difusi gas (Gandjar & Rohman, 2007).

b. Pengatur Aliran dan Pengatur Tekanan

Pengatur aliran atau pengatur tekanan bekerja dengan baik pada tekanan 2,5 atm yang akan mengalirkan masa aliran dengan tetap. Tekanan pada tempat masuk harus lebih besar dari kolom untuk mengalirkan cuplikan agar dapat masuk kedalam kolom, karena lubang akhir pada kolom biasanya

mempunyai tekanan atmosfer yang normal. Suhu dalam kolom harus konstan supaya aliran gas yang masuk kedalam kolom juga tetap, sehingga komponen akan dielusikan pada waktu yang tetap yang disebut dengan waktu retensi (*the retention time atau tR*) (Gandjar & Rohman, 2007).

c. Tempat Injeksi

Pemisahan analit harus dalam bentuk fase uap. Senyawa organik biasanya berbentuk cairan atau padatan, sehingga senyawa tersebut harus diuapkan terlebih dahulu. Tempat injeksi memiliki suhu yang panas sehingga berguna untuk mengubah senyawa yang berbentuk cairam atau padatan menjadi uap (Gandjar & Rohman, 2007).

d. Kolom

Kolom berfungsi sebagai jantung dari kromatografi gas. Panjang kolom yang digunakan mulai dari ukuran 1m sampai dengan 30m. diameter kolom biasanya antara 0,3 mm hingga 0,5 mm. Kolom berisi padatan pendukung dari fase diam yang berupa tanah diatom yang telah dipanaskan dan dikeringkan dan berfungsi untuk mengikat fase diam (Gandjar & Rohman, 2007).

e. Detektor

Detektor adalah komponen utama pada kromatografi gas yang terletak pada ujung kolom tempat keluar fase gerak yang membawa komponen hasil pemisahan. Detektor pada kromatografi gas berfungsi untuk mengubah sinyal gas pembawa dan komponen yang terkandung di dalamnya menjadi sinyal elektronik. Sinyal elektronik berguna untuk analisis kualitatif maupun kuantitatif terhadap komponen yang terpisah diantara fase diam dan fase gerak. Detektor yang biasanya digunakan dalam kromatografi gas yaitu detektor FID (*flame ionization detektor*) dan TCD (*thermal conductivity detektor*) (Gandjar & Rohman, 2007).

Penelitian ini menggunakan kromatografi gas dengan detektor FID. Prinsip kerja dari detektor FID yaitu adanya proses pembakaran yang ditimbulkan dari reaksi udara (O_2) dan H_2 . Proses ini menghasilkan energi yang akan mengionisasi komponen-komponen pada sampel yang dikeluarkan dari kolom (Eiceman, 2000). Detektor FID merupakan detektor

yang paling stabil terhadap pengaruh fluktuasi suhu dan aliran gas pembawa. Sensitivitas detektor akan berkurang jika sampel yang dianalisis mengandung unsur halogen serta terbentuknya deposit atau pengotor pada detektor. Detektor FID digunakan untuk senyawa organik, senyawa dengan titik didih tinggi yang disuntikkan dalam konsentrasi rendah (Widya, 2018)

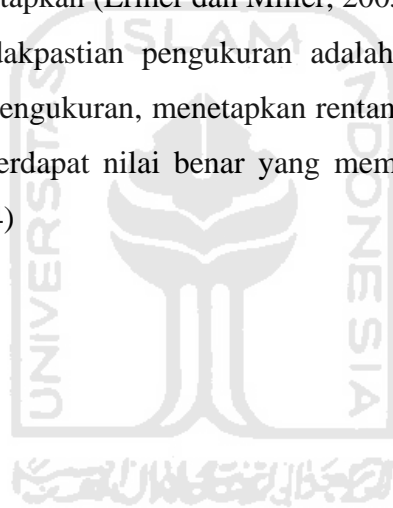
2.7. Validasi Metode

Validasi metode analisis merupakan sebuah penilaian terhadap parameter tertentu berdasarkan penelitian di laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan (Harmita, 2004). Parameter yang diuji dalam validasi metode yaitu akurasi, presisi, *limit Of detection* dan *limit Of quantitation*, linearitas, dan *range*, ketangguhan (*ruggedness*) dan kekuatan (*robustness*) metode uji dan estimasi ketidakpastiaan. Parameter validasi metode dalam suatu percobaan dapat dilihat sebagai berikut :

1. Akurasi atau kecermatan merupakan ukuran perbedaan antara nilai hasil uji dengan nilai sebenarnya yang dinyatakan dalam persentase. Persentase akurasi dapat dihitung sebagai nilai *%recovery* yang menyatakan hasil yang diperoleh merupakan perbandingan antara nilai rata – rata yang terukur dengan nilai target, *%trueness* menyatakan bahwa perbandingan hasil yang diperoleh dengan nilai benar yang ada dalam CRM (*Certified Reference Material*) dan *%bias* menyatakan bahwa hasil yang mutlak diperoleh melalui selisih antara rata-rata pengukuran dengan nilai benar (Gandjar dkk, 2007).
2. Presisi atau keseksamaan adalah kedekatan hasil masing-masing pengukuran dengan cara melakukan cara yang sama berulang pada sampel yang diambil dalam campuran yang homogen. Tingkatan presisi ada tiga yaitu *repeatability*, *intermediate precision*, dan *reproducibility*. *Repeatability* adalah ukuran keterulangan dibawah kondisi operasi yang sama dengan jangka waktu yang singkat. *Intermediate Presicion* adalah ukuran keterulangan dibawah kondisi operasi yang beda, dilakukan pada beda hari dalam laboratorium yang sama. *Reproducibility* adalah ukuran keterulangan dibawah kondisi yang

berbeda, dengan laboratorium dan analisis yang berbeda pula (Riyanto, 2014).

3. *Limit Of Detection* (LOD) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat terdeteksi, namun tidak terkuantifikasi secara tepat (Riyanto, 2014).
4. *Limit Of Quantitation* (LOQ) adalah jumlah analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan secara kuantitatif dengan tingkat kecermatan dan keseksamaan yang tepat (Riyanto, 2014).
5. Linearitas adalah kemampuan metode analisis untuk memperoleh hasil uji yang sebanding dengan konsentrasi analit pada kisaran konsentrasi tertentu. *Range* adalah pernyataan batas analit terendah dan tertinggi yang telah ditetapkan (Ermer dan Miller, 2005).
7. Estimasi ketidakpastian pengukuran adalah parameter yang terkait dengan hasil pengukuran, menetapkan rentang nilai di dalamnya yang diperkirakan terdapat nilai benar yang memiliki nilai ketidakpastian (Riyanto, 2014)



BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Alat

Seperangkat alat destilasi, batu didih, gelas beaker 100 mL, gelas beaker 250 mL, labu ukur 50 mL, labu ukur 10 mL, batang pengaduk, pipet ukur 2 mL, pipet ukur 5 mL, pipet ukur 10 mL, vial, tisu, pipet tetes, kertas seka, plastik wrap, evaporator (*Scilogex RE100-s*), kromatografi gas (*Thermo Trace 1310*).

3.2 Bahan

Sampel vodka, etanol p.a, butanol p.a, akuades.

1.3. Prosedur Kerja

1.3.1 Preparasi Sampel

Sampel vodka dituangkan ke dalam labu ukur 10 mL, kemudian dimasukkan ke dalam *thermostat cabinet* pada suhu 20°C selama 1 jam. Sampel dituangkan ke dalam labu destilasi yang telah ditambahkan batu didih, lalu dibilas labu ukur dengan air suling dingin, kemudian air suling dituang pada labu destilasi, dilakukan pembilasan sebanyak 3 kali. Peralatan destilasi dipasang lalu destilat ditampung dengan labu ukur dan ditambahkan es atau air dingin disekitar labu ukur. Destilasi dilakukan dengan mengatur suhu *heating mantle* hingga volume destilat lebih kurang 5 mL, kemudian dimasukkan dalam *thermostat cabinet* pada suhu 20°C selama 1 jam. Sampel diambil sebanyak 2 mL dan dimasukkan dalam labu ukur lalu 10 mL. Standar internal butanol ditambahkan sebanyak 0,2 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Labu ukur diseka dengan menempelkan kertas saring pada dinding dalam labu ukur. Larutan digojog hingga homogen dan diberi label.

1.3.2 Penentuan Kadar Etanol dengan *Gas Chromatography (GC)*

Sampel yang telah di destilasi dimasukkan dalam vial dan diberi label. Sampel diidentifikasi menggunakan GC. Optimasi GC dapat ditunjukkan pada Tabel 3.1.

1. Optimasi Penentuan Kadar Etanol pada Vodka

Tabel 3.1 Optimasi GC-FID

Optimasi	Keterangan
Suhu Awal	30 °C
Suhu Akhir	120 °C
Hold	5 menit
Kenaikan suhu	5 °C per menit
Suhu Injektor	250 °C
Suhu Detektor	250 °C
Jenis Detektor	<i>FID (Flame Ionization Detector)</i>

a. Kadar Etanol

$$\text{Kadar Etanol \%} = \frac{Y-B}{A} \times 100 \dots\dots\dots (3.2)$$

Keterangan

Y : Ratio luas area butanol : luas area etanol

X : Konsentrasi sampel

A : Slope

B : Intersep

1.3.3 Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan standar etanol dibuat dengan konsentrasi 1, 3, 5, 7, dan 10% dengan menambahkan etanol p.a kedalam labu ukur 10 mL. Standar internal butanol ditambahkan sebanyak 0,2 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas. Labu ukur diseka dengan menempelkan kertas saring pada dinding dalam labu ukur. Larutan digojog hingga homogen. Larutan dimasukkan kedalam vial dan diberi label. Larutan standar konsentrasi 1, 3, 5, 7, dan 10 % diinjeksikan pada kromatografi gas.

1.3.4 Validasi Metode

a. Linieritas

$$y = ax + b \dots\dots\dots (3.3)$$

Keterangan

y : Absorbansi sampel

a : Slope

x : Konsentrasi

b : Intersep

b. Presisi (keseksamaan)

$$SD = \frac{\sqrt{\text{Jumlah}(xi-(xrata-rata))^2}}{2a} \dots\dots\dots(3.4)$$

Keterangan

- SD : Standar Deviasi
- xi : Konsentrasi sampel ke-i (mg/L)
- x rata-rata : Rata-rata konsentrasi sampel (mg/L)
- n : Jumlah pengulangan sampel

$$\%RSD = \frac{SD}{Xrata-rata} \times 100\% \dots\dots\dots(3.5)$$

Keterangan

- RSD : *Relative Standard Deviation*
- SD : Standar Deviasi
- x rata-rata : Rata-rata konsentrasi sampel (mg/L)

$$\%RPD = \left(\frac{\text{hasil pengukuran-duplikat pengukuran}}{Xrata-rata} \right) \times 100\% \dots\dots\dots(3.6)$$

c. Akurasi (kecermatan)

$$\%Trueness = \frac{A}{B} \times 100\% \dots\dots\dots(3.7)$$

Keterangan

- Trueness* : Akurasi
- A : Konsentrasi pengujian % (v/v)
- B : Konsentrasi sampel % (v/v)

d. LOD (*Limit Of Detection*) dan LOQ (*Limit Of Quantitation*)

$$S_{x/y} = \frac{\sqrt{\text{jumlah}(yi-yrata-rata)^2}}{n-2} \dots\dots\dots(3.8)$$

Keterangan

- $S_{x/y}$: Standar deviasi
- yi : Absorbansi ke-i
- y rata-rata : Absorbansi rata-rata
- n : Pengulangan deret standar

$$LOD = \frac{3 \cdot S_{x/y}}{\text{slope}} \dots\dots\dots(3.9)$$

Keterangan

- LOD : Limited Of Detection (batas deteksi)
- $S_{x/y}$: Standar deviasi
- Slope : Kemiringan pada kurva kalibrasi

$$LOQ = \frac{10 \cdot \frac{S_x}{y}}{\text{slope}} \dots\dots\dots(3.10)$$

Keterangan

LOQ : Limited Of Quantitation (batas kuantisasi)

S^x/y : Standar deviasi

Slope : Kemiringan pada kurva kalibrasi



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Penentuan Kadar Etanol dengan Kromatografi Gas FID

Penentuan kadar etanol pada sampel minuman beralkohol jenis vodka bertujuan untuk mengetahui nilai etanol yang terkandung dalam sampel. Penentuan kadar etanol pada sampel minuman beralkohol jenis vodka dengan metode kromatografi gas yang dilakukan di Balai Laboratorium Bea dan Cukai merupakan salah satu metode yang sudah tersertifikasi oleh KAN, maka dari itu metode penelitian ini dilakukan untuk menguji kadar etanol pada minuman beralkohol secara berkala. Penelitian ini mengacu pada ASTM 2003 mengenai penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas. Penelitian ini selain dilakukan di laboratorium Bea dan Cukai juga dilakukan di laboratorium Kimia Terapan Universitas Islam Indonesia.

Preparasi yang dilakukan sebelum pengujian yaitu membuat larutan deret standar. Larutan deret standar dibuat dengan konsentrasi 0, 1, 3, 5, 7, dan 10 %, yang dibuat dari etanol p.a, lalu ditambahkan standar internal butanol dan pelarut air lalu diinjeksikan pada kromatografi gas dan akan menghasilkan kurva kalibrasi, dimana kurva kalibrasi tersebut yang nantinya digunakan untuk menghitung kadar etanol pada sampel.

Penentuan kadar etanol dengan kromatografi gas di laboratorium kimia terapan dan laboratorium bea cukai terdapat beberapa perbedaan yaitu :

1. Preparasi

Preparasi sampel yang dilakukan di laboratorium kimia terapan pada saat pemisahan larutan menggunakan metode evaporasi, sedangkan di laboratorium bea cukai menggunakan metode destilasi. Sehingga dengan perbedaan proses pemisahan tersebut mengakibatkan hasil destilasi di laboratorium bea dan cukai lebih banyak yaitu dari sampel 50 mL menghasilkan destilat 35 mL dengan kisaran waktu 3 sampai 4 jam, sedangkan di laboratorium kimia terapan dengan volume sampel 50 mL hanya menghasilkan destilat 19 mL dengan kisaran waktu 20 menit.

2. Optimasi Alat

Optimasi kromatografi gas di laboratorium kimia terapan mengacu pada metode yang digunakan oleh Yanti,dkk (2019). Sedangkan untuk optimasi kromatografi gas yang dilakukan di laboratorium bea cukai tidak diperoleh informasi.

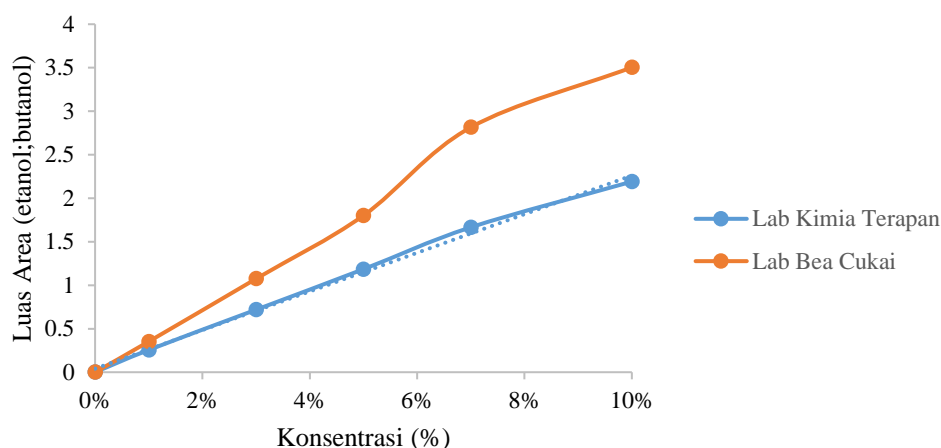
Berdasarkan penjelasan diatas didapatkan hasil kurva kalibrasi di dua lab yang berbeda. Hasil penentuan kurva kalibrasi deret standar ditunjukkan pada Tabel 4.1 dan 4.2.

Tabel 4.1 Penentuan Kurva Kalibrasi Deret Standar Etanol p.a di Lab. Kimia Terapan

Konsentrasi Standar	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Y Standar
0%	0	7,487	0	-0,0405
1%	1,621	6,337	0,2557	0,2152
3%	5,498	7,651	0,7185	0,6780
5%	7,647	6,459	1,1839	1,1434
7%	12,301	7,427	1,6562	1,6157
10%	19,535	8,916	2,1910	2,1505

Tabel 4.2 Penentuan Kurva Kalibrasi Deret Standar Etanol p.a di Lab. Bea dan Cukai

Konsentrasi Standar	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Y Standar
0%	0	4,254	0,0000	-0,0143
1%	1,544	4,383	0,3523	0,3380
3%	4,999	4,653	1,0744	1,0601
5%	7,518	4,175	1,8009	1,7866
7%	9,911	3,520	2,8151	2,8008
10%	15,038	4,291	3,5038	3,4895



Gambar 4.1. Kurva kalibrasi Deret Standar Larutan Etanol p.a

Tabel 4.3. Perbandingan Hasil Pengukuran Kurva Kalibrasi Laboratorium Kimia Terapan dan Laboratorium Bea Cukai

	Slope	Intersep	R ²	LOD	LOQ
Lab. Kimia Terapan	22,1650	0,0405	0,9967	0,0076%	0,0255%
Lab.Bea Cukai	36,386	0,0243	0,9907	0,01233%	0,0246%

Berdasarkan Tabel 4.3 menunjukkan bahwa nilai R² yang diperoleh di laboratorium kimia terapan hasilnya lebih baik dibandingkan hasil dari laboratorium bea cukai, hal tersebut karena suatu grafik dikatakan linear apabila nilai koefisien relasi $r \approx 1$. Hasil penelitian Suaniti (2018). Nilai slope menunjukkan kadar dan kemiripan grafik, nilai slope semakin besar maka instrument semakin sensitive terhadap perubahan kadar. Hasil nilai slope yang diperoleh dari laboratorium bea cukai hasilnya lebih bagus dari laboratorium kimia terapan karena nilai slopenya besar. Nilai intersep menunjukkan pengukuran blanko, nilai slope yang baik ketika hasilnya kecil, karena ketika hasilnya besar maka ada interferensi atau kontaminasi (Yustinus,2018). Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa nilai intersep laboratorium bea cukai hasilnya lebih bagus dibandingkan laboratorium kimia terapan karena nilainya lebih kecil. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa hasil

pengukuran kurva kalibrasi di laboratorium bea cukai hasilnya lebih bagus, karena nilai regresi linear, slope, dan intersep yang diperoleh lebih baik dibandingkan laboratorium kimia terapan

Sampel minuman beralkohol sebelum dilakukan pengujian harus dipreparasi dahulu yaitu dengan melakukan distilasi dengan suhu 80°C selama 30 menit. Fungsi dari distilasi yaitu untuk memisahkan antara alkohol dengan gula dan zat-zat lain yang terkandung di dalam sampel. Jika sampel tidak didistilasi, kandungan gula yang terdapat dalam sampel akan menggumpal terkena suhu tinggi saat pengukuran dengan kromatografi gas sehingga membuat kolom rusak dan tidak mengukur kadar sampel (Tagliaro, 1992).

Prinsip analisis menggunakan kromatografi gas yaitu sampel setelah didistilasi ditambahkan air sebagai pelarut dan standar internal butanol. Penambahan standar internal butanol berfungsi untuk membandingkan hasil kromatogram standar dengan sampel (Cairn, 2009). Senyawa yang sering digunakan sebagai standar internal dalam penentuan kadar etanol yaitu butanol dan n-propanol (Zuba, 2002). Setelah ditambahkan pelarut dan standar internal, sampel siap diinjeksikan dengan optimasi suhu detektor 250°C dan jenis detektor FID (*Flame Ionization Detector*). Metode kromatografi gas dengan detektor ionisasi nyala merupakan metode yang tepat dalam menentukan kadar etanol di dalam sampel karena digunakan dalam pemisahan zat organik maupun anorganik yang mempunyai sifat mudah menguap (Tagliaro, 1992).

Sampel yang telah diinjeksi akan menghasilkan output berupa kromatogram dan selanjutnya dapat dihitung kadar etanol yang terdapat dalam sampel, penentuan kadar etanol pada sampel menggunakan standar internal yaitu butanol dengan volume 0,2 mL. Hasil penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas pada sampel minuman beralkohol jenis vodka ditunjukkan dalam Tabel 4.4 dan 4.5

Tabel 4.4 Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka dengan GC di Lab. Kimia Terapan

Sampel	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Kadar Etanol (%)
1	6,22	7,516	0,8275	0,0887
2	4,249	5,017	0,8469	0,0909
3	2,853	3,982	0,7164	0,0762
4	5,261	8,26	0,6369	0,0672
5	2,584	3,872	0,6673	0,0707
Rata-rata kadar				0,0787

Tabel 4.5 Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka dengan GC di Laboratorium Bea Cukai

Sampel	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Kadar Etanol (%)
1	2,8223	8,4233	0,3350	0,0881
2	2,8072	8,6614	0,3241	0,0851
3	2,8323	8,2711	0,3424	0,0901
4	2,7798	8,1907	0,3393	0,0893
Rata-rata kadar				0,0882

Nilai kadar etanol pada sampel vodka dengan kromatografi gas yang dilakukan dengan 5 kali pengulangan yaitu didapatkan hasil kadar rata – rata sebesar 0,0787% untuk lab. Kimia Terapan dan 0,0882% untuk lab. Bea Cukai . Hasil percobaan tersebut bisa dikatakan tidak baik karena nilainya jauh dari nilai kadar etanol yang tertera pada kemasan yaitu sebesar 19%. Hasil pengujian kadar etanol pada sampel tidak baik, hal tersebut dikarenakan beberapa faktor. Faktor pertama yaitu penelitian dilakukan dalam waktu 2 minggu dan sampel bersifat mudah menguap, sehingga dimungkinkan dalam kurun waktu tersebut sampel menguap sehingga saat diukur nilai kadar etanolnya tidak sesuai dengan yang tertera dikemasan. Faktor yang kedua yaitu pengukuran sampel dilakukan 5 kali pengulangan sehingga preparasi sampel juga dilakukan sebanyak 5 kali, saat proses destilasi volume destilat yang diperoleh antara pengulangan sampel yang pertama hingga kelima volumenya berbeda, sehingga dapat disimpulkan pada saat destilasi volume destilat setiap pengulangan tidak konstan sehingga berpengaruh terhadap pengukuran kadar etanol, dan faktor yang ketiga yaitu karena kesalahan rentang

konsentrasi pada pembuatan larutan standar yang digunakan untuk penentuan kurva kalibrasi.

4.2. Resolusi

Resolusi adalah derajat pemisahan dua komponen campuran, dalam kromatografi. Resolusi juga dapat diartikan sebagai perbandingan antara jarak dua puncak pada tinggi maksimal dengan rata-rata lebar dasar kedua puncak, jika nilai $R_s=1$ menunjukkan bahwa pemisahan masing-masing puncak telah mencapai 94%, sedangkan untuk mencapai pemisahan *base line* nilai $R_s=1,5$. Nilai R_s semakin besar menunjukkan pemisahan yang makin baik dan begitu sebaliknya.

Nilai resolusi pada penelitian ini diperoleh dari hasil kromatogram penentuan kadar etanol pada sampel minuman beralkohol jenis vodka dengan kromatografi gas. Nilai R_s yang diperoleh pada penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 4.6 dan 4.7.

**Tabel 4.6 Nilai Resolusi Sampel Vodka dengan Kromatografi Gas
Laboratorium Kimia Terapan**

Sampel	Senyawa	Waktu Retensi	Lebar Puncak	Nilai Resolusi
		(menit)		
1	Etanol	3,94	0,05	10,94
	Butanol	4,542	0,06	
2	Etanol	3,287	0,05	21,6
	Butanol	4,583	0,07	
3	Etanol	3,288	0,05	21,67
	Butanol	4,588	0,07	
4	Etanol	3,287	0,05	23,51
	Butanol	4,58	0,06	
5	Etanol	3,287	0,05	21,63
	Butanol	4,585	0,07	
			X rata-rata=	22,83

**Tabel 4.7 Nilai Resolusi Sampel Vodka dengan Kromatografi Gas
Laboratorium Kimia Terapan**

Sampel	Senyawa	Waktu Retensi (menit)	Lebar Puncak	Resolusi
1	Etanol	12,111	0,09	60,73
	Butanol	17,577	0,09	
2	Etanol	12,109	0,09	60,73
	Butanol	17,575	0,09	
3	Etanol	12,108	0,09	64,30
	Butanol	17,574	0,08	
4	Etanol	12,106	0,08	57,532
	Butanol	17,571	0,11	
Rata-rata				60,82

Nilai Rs pada penelitian tersebut dengan 5 kali pengulangan sampel didapatkan hasil nilai Rs rata-rata pada laboratorium kimia terapan sebesar 22,8242, sedangkan untuk laboratorium bea dan cukai sebesar 60,8247. Hasil tersebut menunjukkan bahwa pemisahan pada pengukuran kadar etanol di laboratorium kimia terapan dan laboratorium bea cukai dapat dikatakan baik, karena nilai Rs yang diperoleh lebih dari 1, jadi berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini tidak terdapat masalah di instrument kromatografi gas, karena instrument masih dapat melakukan pemisahan sampel dengan baik.

4.3. Limit Of Detection (LOD) dan Limit Of Quantitation (LOQ)

Limit Of Detection merupakan batas terendah analit dalam sampel yang terdeteksi, namun tidak dapat dikuantisasi secara tepat (Riyanto, 2014). Ketika kadar sampel berada di bawah nilai LOD maka dapat dikatakan kurang baik karena kecermatan dan ketepatannya masih rendah dan jika di atas LOD namun di bawah LOQ belum dapat dinyatakan memiliki kecermatan dan ketepatan yang baik. *Limit Of Detection* adalah batas terendah analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan dapat dikuantisasi dengan akurasi dan presisi yang tepat (Riyanto, 2014). Kadar sampel dapat dinyatakan baik ketika di atas LOQ. Hasil penentuan nilai LOD dan LOQ ditunjukkan pada Tabel 4.8 dan 4.9

Tabel 4.8 Penentuan Nilai LOD dan LOQ di Laboratorium Kimia Terapan

Konsentrasi	Y	Y'	(Y-Y')	(Y-Y')²
0%	0	0,0405	-0,0405	0,0016
1%	0,2557	0,2621	-0,0063	4,0E-05
3%	0,7185	0,7054	0,0131	0,0001
5%	1,1839	1,1487	0,0351	0,0012
7%	1,6656	1,5920	0,0735	0,0054
10%	2,1910	2,2570	-0,0660	0,0043
Jumlah				0,0128
SY/X				0,0567
LOD				0,0076 %
LOQ				0,0255 %

Tabel 4.9 Penentuan Nilai LOD dan LOQ di Bea dan Cukai

Konsentrasi	Y	Y'	(Y-Y')	(Y-Y')²
0%	0	0,0143	-0,0143	0,0002
1%	0,3523	0,3781	-0,0258	0,0006
3%	1,0744	1,1058	-0,0314	0,0009
5%	1,8009	1,8336	-0,0327	0,0010
7%	2,8151	2,5613	0,2537	0,0644
10%	3,5038	3,6529	-0,1491	0,0222
Jumlah				0,0895
SY/X				0,1496
LOD				0,0123%
LOQ				0,0246%

Berdasarkan dua tabel diatas dapat diketahui nilai LOD sebesar 0,0767% untuk lab. Kimia Terapan dan 0,0123% untuk lab. Bea dan Cukai, sedangkan untuk nilai LOQ lab. Kimia Terapan sebesar 0,0255%, sedangkan lab. Bea dan Cukai sebesar 0,0246%. Berdasarkan hasil tersebut nilai LOD dan LOQ yang diperoleh di laboratorium bea cukai hasilnya bagus dibandingkan hasil dari laboratorium kimia terapan, karena nilai LOD dan LOQ lebih kecil dari nilai kadar sampel rata-rata yang diperoleh.

4.4. Penentuan Presisi

Presisi adalah kedekatan hasil yang dilakukan secara berulang. Semakin dekat nilai pengulangan yang dilakukan maka dikatakan semakin baik. Validasi dengan parameter presisi dapat dinyatakan pada pengujian kadar etanol

menggunakan kromatografi gas dinyatakan dalam *repeatability*. Data hasil *repeatability* ditunjukkan dalam Tabel 4.10 dan 4.11.

Tabel 4.10 Nilai Presisi Penentuan Kadar Etanol

Sampel	Y	Y'	(Y-Y') ²
1	0,8275	0,0887	9,9E-05
2	0,8469	0,0909	0,0001
3	0,7164	0,0762	6,4E-06
4	0,6369	0,0672	0,0001
5	0,6673	0,0707	6,5E-05
X rata-rata		0,0787	9,0E-05
		SD	0,0047
		%RSD	6,0354
		Log C	-1,1035
		2/3 Cv Horwitz	1,3334

Tabel 4.11 Nilai Presisi Penentuan Kadar Etanol di Lab Bea dan Cukai

Sampel	Y	Y'	(Y - Y') ²
1	0,3350	0,0807	0,0065
2	0,3241	0,0777	0,0060
3	0,3424	0,0827	0,0068
4	0,3393	0,0819	0,0067
X rata-rata		0,0807	0,0261
		SD	0,0808
		%RSD	100,028
		Log C	-1,0926
		2/3 Cv Horwitz	1,9471

Presentase RSD yang diperoleh yaitu sebesar 6,0354. Berdasarkan Yulia (2010) nilai presisi yang baik apabila $\%RSD < \frac{2}{3} CV \text{ HORWITZ}$. C merupakan kadar analit yang tidak memiliki satuan, karena rata-rata pengukuran kadar etanol dengan kromatografi gas di laboratorium bea dan cukai sebesar 0,07878959 %,

sedangkan nilai rata-rata kadar etanol di laboratorium kimia terapan sebesar 0,087%. Nilai log C laboratorium kimia terapan sebesar -1,1035, sedangkan nilai log C laboratorium bea cukai sebesar -1,0926. Sehingga nilai 2/3 CV HORWITZ laboratorium kimia terapan sebesar 1,334, sedangkan untuk laboratorium bea cukai sebesar 1,9471. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas memiliki presisi yang rendah, karena hasil presisi yang didapatkan dari penelitian ini apabila $\%RSD > \frac{2}{3}$ CV HORWITZ.

4.5. Penentuan Akurasi

Akurasi yaitu nilai keberterimaan yang baik antara nilai secara teoritis atau nilai sebenarnya dengan nilai hasil uji. Nilai akurasi pada penentuan kadar etanol pada sampel vodka menggunakan kromatografi gas dinyatakan dalam *%Trueness*. *%Trueness* dilakukan dengan membandingkan hasil pengukuran kadar etanol pada sampel dengan nilai kadar etanol yang tertera pada kemasan. Penentuan nilai akurasi dilakukan melalui 5 kali pengulangan. Hasil penentuan akurasi ditunjukkan pada Tabel 4.12 dan 4.13.

Tabel 4.12 Nilai Akurasi Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka menggunakan Kromatografi Gas di Laboratorium Kimia Terapan

Sampel	% Kadar Etanol	Kadar etanol Rata- Rata	Kadar Sebenarnya	% <i>Trueness</i>
1	0,0887			
2	0,0909			
3	0,0762	0,0787	19,70%	39,9947
4	0,0672			
5	0,0707			

Tabel 4.13 Nilai Akurasi Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka menggunakan Kromatografi Gas di laboratorium Bea Cukai

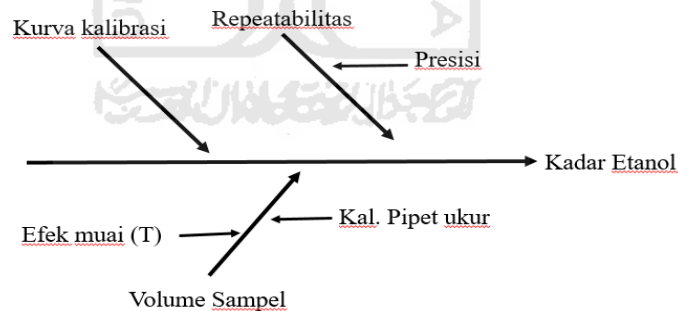
Sampel	% Kadar Etanol	Kadar Etanol Rata-Rata	Kadar Sebenarnya	% <i>Trueness</i>
1	0,0881			
2	0,0851			
3	0,0901	0,0882%	19,70%	39,9947%
4	0,0893			

Nilai presentase *trueness* didapatkan dari hasil perbandingan nilai pengukuran kadar etanol pada sampel dengan nilai kadar etanol yang tertera pada kemasan. Nilai rata-rata hasil pengukuran yang diperoleh di laboratorium kimia terapan sebesar 0,0787% dan nilai hasil pengukuran di laboratorium bea cukai sebesar 0,0882%, sedangkan nilai kadar etanol yang tertera pada kemasan sampel sebesar 19,70%, sehingga nilai *trueness* yang didapatkan untuk laboratorium kimia terapan sebesar 39,9947% dan laboratorium bea cukai sebesar 39,9947%. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa nilai *%trueness* yang didapatkan kurang baik, karena nilai *%trueness* yang baik jika mendekati 100%.

4.6. Penentuan Estimasi Ketidakpastiaan

Penentuan estimasi ketidakpastiaan dilakukan untuk mengetahui dan memastikan bahwa hasil validasi penentuan kadar etanol pada sampel vodka menggunakan kromatografi gas dapat dipertanggungjawabkan keakuratannya dan metode yang digunakan dapat memberikan hasil yang valid.

Penentuan ketidakpastiaan pengukuran kadar etanol pada sampel vodka menggunakan kromatografi gas ditentukan dalam beberapa langkah yaitu membuat prosedur, menentukan rumus, membuat diagram tulang ikan, menentukan ketidakpastiaan baku, ketidakpastiaan gabungan dan ketidakpastiaan diperluas.



Gambar 4.2. Diagram Tulang Ikan Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka Menggunakan Kromatografi Gas

Berdasarkan Gambar 4.2 penentuan nilai ketidakpastiaan pengukuran kadar etanol ditentukan dari parameter sumber-sumber ketidakpastiaan yang digambarkan dalam diagram tulang ikan. Diagram tulang ikan memberikan informasi mengenai sumber ketidakpastiaan dalam penelitian dan faktor yang mempengaruhi pengukuran.

4.6.1. Ketidakpastiaan Baku

Ketidakpastiaan baku adalah ketidakpastiaan yang berasal dari sumber yang berkontribusi sebagai komponen awal pada tulang utama yang terdapat dalam diagram tulang ikan. Faktor-faktor yang berkontribusi dalam ketidakpastiaan pengukuran kadar etanol adalah :

a. Ketidakpastiaan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi merupakan salah satu komponen utama yang berkontribusi dalam penentuan kadar etanol. Perhitungan ketidakpastiaan baku kurva kalibrasi berasal dari gabungan konsentrasi larutan standar, konsentrasi sampel, absorbansi larutan standar, absorbansi sampel, slope, dan intersep. Sehingga ketidakpastiaan kurva kalibrasi yang diperoleh di laboratorium kimia terapan sebesar $8,7226 \times 10^{-6}$, sedangkan laboratorium bea cukai sebesar $8,7213 \times 10^{-6}$.

b. Presisi (P)

Ketidakpastiaan baku dapat dihitung dengan cara mengelompokkan faktor-faktor ke dalam kategori komponen ketidakpastiaan. Ketidakpastiaan baku presisi masuk dalam kategori ketidakpastiaan tipe A, karena ketidakpastiaan yang diperoleh dari pengulangan sebanyak 5 kali. Perhitungan ketidakpastiaan baku presisi diperoleh dengan menghitung rata-rata hasil pengulangan kemudian dihitung standar deviasinya. Selanjutnya, standar deviasi dibagi dengan akar banyaknya pengulangan yang dilakukan yaitu $\sqrt{5}$, sehingga hasil yang diperoleh untuk ketidakpastiaan baku presisi laboratorium kimia terapan sebesar 0,0075, sedangkan laboratorium bea cukai sebesar 0,0013.

c. Volume pipet ukur 1 mL

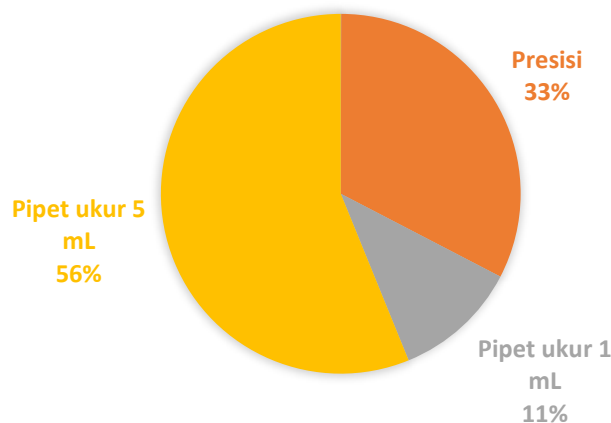
Ketidakpastiaan volume pipet ukur 1 mL didapatkan dengan cara mengelompokkan faktor-faktor ke dalam kategori komponen ketidakpastiaan. Ketidakpastiaan baku volume pipet ukur 1ml termasuk dalam kategori ketidakpastiaan tipe B karena ketidakpastiaan yang diperoleh dari sertifikat alat. Ketidakpastiaan baku volume pipet ukur didapatkan dari hasil ketidakpastiaan alat dibagi dengan distribusi rectangular, sehingga dibagi $\sqrt{3}$ dan hasil yang diperoleh sebesar 0,0025 mL.

d. Volume pipet ukuran 5 mL

Ketidakpastiaan volume pipet ukur 1 mL didapatkan dengan cara mengelompokkan faktor-faktor ke dalam kategori komponen ketidakpastiaan. Ketidakpastiaan baku volume pipet ukur 1 mL termasuk dalam kategori ketidakpastiaan tipe B karena ketidakpastiaan yang diperoleh dari sertifikat alat. Ketidakpastiaan baku volume pipet ukur didapatkan dari hasil ketidakpastiaan alat dibagi dengan distribusi rectangular, sehingga dibagi $\sqrt{3}$ dan hasil yang diperoleh sebesar 0,0129 mL. Ketidakpastiaan baku penentuan kadar etanol pada sampel vodka menggunakan kromatografi gas ditunjukkan pada Tabel 4.14

Tabel 4.14 Ketidakpastiaan Baku Penentuan Kadar Etanol

Ketidakpastiaan	Sumber Ketidakpastiaan	Hasil Ketidakpastiaan Baku
μ Kurva Kalibrasi (Laboratorium KT)	Konsentrasi standar, konsentrasi sampel, absorbansi standar, dan absorbansi sampel	$8,7226 \times 10^{-6}$ mg/L
μ Kurva Kalibrasi (Laboratorium bea cukai)	Konsentrasi standar, konsentrasi sampel, absorbansi standar, dan absorbansi sampel	$8,7213 \times 10^{-6}$ mg/L
μ Presisi (Laboratorium KT)	Konsentrasi sampel, absorbansi sampel, %RSD	0,0075
μ Presisi (Laboratorium bea cukai)	Konsentrasi sampel, absorbansi sampel, %RSD	0,0013
μ Pipet ukur 1 mL	Pipet Ukur 1 mL	0,00259 mL
μ Pipet ukur 5 mL	Pipet Ukur 5 mL	0,01296 mL



Gambar 4.3 % Penyumbang Ketidakpastiaan Baku

Berdasarkan diagram diatas dapat disimpulkan bahwa penyumbang ketidakpastian baku yang paling besar yaitu dari ketidakpastian pipet ukur 5 mL sebesar 56%.

4.6.2. Ketidakpastiaan Gabungan

Ketidakpastiaan gabungan merupakan ketidakpastiaan yang diperoleh dari hasil ketidakpastiaan baku pada diagram tulang ikan. Faktor-faktor penyumbang ketidakpastiaan gabungan dari penentuan kadar etanol pada sampel vodka menggunakan kromatografi gas yaitu ketidakpastiaan kurva kalibrasi, ketidakpastiaan presisi, dan ketidakpastiaan volume pipet ukur. Hasil ketidakpastiaan gabungan laboratorium kimia terapan dan bea cukai hasilnya sebesar 0,0003

4.6.3. Ketidakpastiaan Diperluas

Ketidakpastiaan diperluas digunakan untuk mendapatkan hasil akhir apakah tingkat kepercayaan yang digunakan masuk dalam rentang yang diberikan ketidakpastiaan. Maka, dengan tingkat kepercayaan 95% hasil dari ketidakpastiaan gabungan dikalikan dengan faktor cakupan yaitu 2, sehingga ketidakpastiaan yang diperoleh dari laboratorium kimia terapan dan bea cukai hasilnya sama yaitu sebesar 0,00061%, . Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa ketidakpastiaan dari pengujian kadar etanol di laboratorium kimia terapan sebesar adalah $0,0787\% \pm 0,0061\%$ sedangkan untuk laboratorium bea cukai sebesar $0,0882\% \pm 0,0061\%$. Penyumbang ketidakpastiaan penentuan kadar etanol dipengaruhi oleh 3 sumber yaitu ketidakpastiaan kurva kalibrasi, ketidakpastiaan presisi, dan ketidakpastiaan volume pipet ukur.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

1.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Nilai kadar etanol rata-rata dengan 5 kali pengulangan pada sampel vodka menggunakan metode kromatografi gas yaitu 0,0787%, sedangkan untuk nilai rata-rata pengujian kadar etanol dengan 4 kali pengulangan di laboratorium bea cukai sebesar 0,0882%.
2. Perbandingan hasil penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas di laboratorium bea cukai dan kimia terapan hasilnya masih jauh dari kadar etanol yang tertera dalam kemasan sampel vodka.

1.2 Saran

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disarankan hal-hal sebagai berikut :

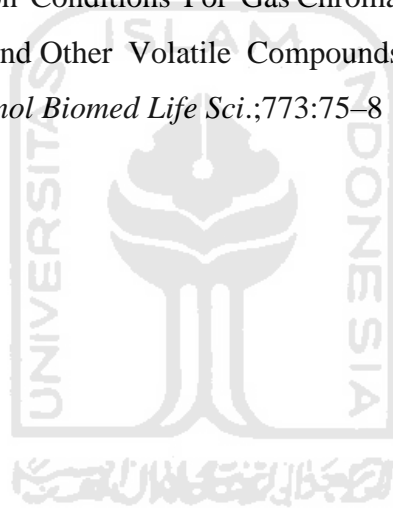
1. Kalibrasi peralatan yang ada di laboratorium harus dilakukan secara berkala untuk proses pengujian agar menghasilkan data yang akurat.
2. Penelitian harus dilakukan secara teliti, cermat, serta dilakukan oleh personil yang kompeten.
3. Memperhatikan kebersihan alat yang digunakan agar sampel tidak terkontaminasi dan mempengaruhi hasil.

DAFTAR PUSTAKA

- Arsyat, N, M., 2001, *Kamus Kimia (Arti Dan Penjelasan Istilah)*, Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama, hal 11, 93 dan 94.
- Budiasra, I N, 2009. *Rancangan alat ukur Kadar Alkohol Pada Minuman Berbasis Mikrokontroler AT89S51*. Universitas Udayana, Bali.
- Cairns, D. 2009. *Intisari Kimia Farmasi Edisi Kedua*. Penerjemah : Puspita. Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran EGC. Terjemahan dari : Essentials of Pharmaceutical Chemistry Second Edition.
- Christyananta. 2012. *Evaluasi Kinerja Ethylene Fractionator Unit Cold Section di Ethylene Plant PT Chandra Asri Petrochemical Tbk*. Politeknik Negeri Bandung. Bandung
- Didinkaem. 2006. *Pengawetan Produk Pangan*. Diakses dari <http://www.halalguide.info-air>, pada tanggal 30 mei 2020
- Dewi. 2008. *Perioeratif Pada Pasien Dalam Pengaruh Alkohol*. Universitas Udayana. Bali.
- Edward, Yustinus .La Baride. 2018. *Analisis Ruang Evaporasi pada Destilator Dua Atap Miring Memanfaatkan Panas Gas Buang Mesin Diesel*. Universitas Dayanu Ikhsanudin.
- Eiceman GA. 2000. *Instrumentation of Gas Chromatography*. Chichester : John Wiley & Sons Ltd
- Ermer, J. dan Miller, H.M. 2005. *Method Validation in Pharmaceutical Analysis. A Guide To Best Practice*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, Weinheim.
- Gaman, P.M. dan KB Sherrington. 1994. *Ilmu Pangan Pengantar Ilmu Pangan Nutrisi dan Mikrobiologi*. Yogyakarta: UGM Press.
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A., 2007, *Kimia Farmasi Analisis*, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Gunasekara, D. F. 2012. *Alcohol- The Body and Health Effects*. New Zealand: Alcohol Advisor Council of New Zealand
- Hendayana, S. 2006. *Kimia Pemisahan Metode Kromatografi dan Elektroforesis Moder*. Bandung : PT Remaja Rosdakarya.

- Indonesian Customs Laboratory Journal, 2015. Minuman Mengandung Etil Alkohol (MMEA). Media Edukasi dan Informasi BPIB DJBC Volume 3 (hlm.31–37). Jakarta Pusat: Laboratorium Bea dan Cukai
- Khopkar, S.M. 2003. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta : UI Press.
- Mardoni, Yetty Tjandrawati, 2006. *Perbandingan Metode Kromatografi Gas dan Berat Jenis Pada Penetapan Kadar Etanol Dalam Minuman Anggur*. Yogyakarta: Universitas Sanata Dharma.
- Mardoni, 2007, *Perbandingan Metode Kromatografi Gas dan Berat Jenis pada Kadar Etanol pada Minuman Anggur*, Skripsi, Fakultas Farmasi, Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta.
- Masyithah, Z dan Haryanto, B. 2006. *Perpindahan Panas*. Medan: USU.
- Muna, E. D. M., C. H. B. Bizarri, J. R. M. Maciel, G. P. Rocha, & I. O. Araujo. 2013. Method Validation for Methanol Quantification Present in Working Places. *Journal of Physics*, 1: 1-8.
- N.P.Widya, N.M Suaniti, I G.Mustika. 2018. Validasi Metode Dalam Penentuan Kadar Etanol pada Arak menggunakan Kromatografi Gas Detektor Ionisasi Nyala.) *Jurnal Universitas Dhyna Pura*. Volume 2 (hlm 128-133
- Ortega, C.. 2001,. Fast Analysis Of Important Wine Volatile Compounds Development and Validation For Determination Of A New Method Based On Gas Chromatographic – Flame Ionization Detection Analysis Of Dichloromethane Microextracts, *journal of Chromatography*, 923 : 205–214.
- Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 86/Menkes/Per/IV/77 tentang *Minuman Keras, Minuman Beralkohol*.
- Peraturan Menteri Perindustrian No. 71/M-IND/PER/7/2012 tentang *Pengendalian dan Pengawasan Minuman Beralkohol*.
- Praptiningsih, Y., 1999. *Teknologi Pengolahan*. Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Jember, Jember
- Riyanto. 2014. *Validasi & Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*. Yogyakarta: Deepublish. ISBN 978.

- Saleh, E. 2004. *Teknologi Pengolahan Susu dan Hasil Ikutan Ternak*. Medan : Universitas Sumatera Utara
- Simanjuntak, R. 2009. *Studi Pembuatan Etanol dari Limbah Gula (Molase)*. Universitas Sumatera Utara.
- Sebayang, F 2006. Pembuatan etanol secara molase secara fermentasi menggunakan sel *Saccharomyces cerevisiae* yang termobilisasi dalam kalsium alginate. *Jurnal Teknologi Proses*. 5(2): 68-74.
- Syukri.1999. *Kimia Dasar Jilid 2*. Bandung: UI Press
- Tagliaro F, Lubli G, Ghielmi S, 1992. Chromatographic methods for blood alcohol determination. *J Chromatogr.*, 580:161–190.
- Zuba D, Parczewski A, Reichenbacher M. 2002 Optimization Of Solid-Phase Microextraction Conditions For Gas Chromatographic Determination Of Ethanol And Other Volatile Compounds In Blood. *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci.*;773:75–8



LAMPIRAN



LAMPIRAN

1. Pembuatan Larutan Standar Etanol 0%; 1%; 3%; 5%; 7%; dan 10% dalam 10 ml

Rumus

$$V1 \times C1 = V2 \times C2$$

a. 0%

$$10 \text{ ml} \times 0\% = V2 \times 98\%$$

$$V2 = 0 \text{ ml}$$

b. 1%

$$10 \text{ ml} \times 1\% = V2 \times 98\%$$

$$V2 = 0,1 \text{ ml}$$

c. 3%

$$10 \text{ ml} \times 3\% = V2 \times 98\%$$

$$V2 = 0,3 \text{ ml}$$

d. 5%

$$10 \text{ ml} \times 5\% = V2 \times 98\%$$

$$V2 = 0,5 \text{ ml}$$

e. 7%

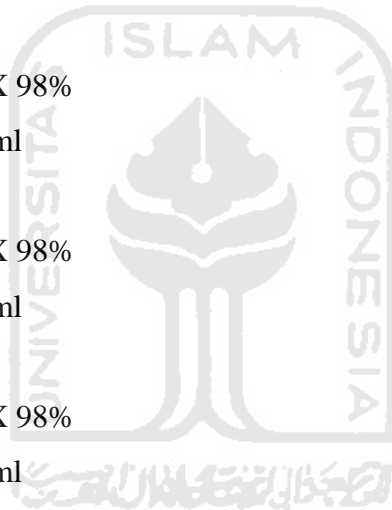
$$10 \text{ ml} \times 7\% = V2 \times 98\%$$

$$V2 = 0,7 \text{ ml}$$

f. 10%

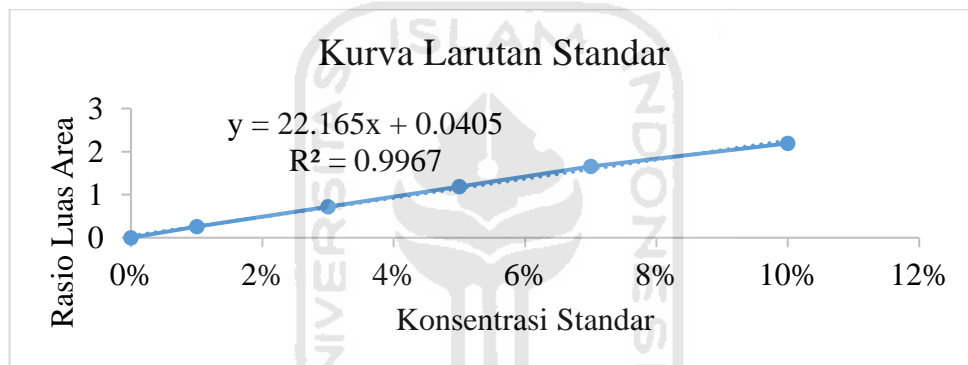
$$10 \text{ ml} \times 10\% = V2 \times 98\%$$

$$V2 = 1 \text{ ml}$$



2. Kurva Kalibrasi Deret Standar

Konsentrasi Standar	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Y Standar
0%	0	7,487	0	-0,0405
1%	1,621	6,337	0,255799274	0,215299274
3%	5,498	7,651	0,718598876	0,678098876
5%	7,647	6,459	1,183929401	1,143429401
7%	12,301	7,427	1,656254208	1,615754208
10%	19,535	8,916	2,191004935	2,150504935



a. Kadar Etanol Sampel Vodka menggunakan Kromatografi Gas

Sampel	Luas Area Etanol	Luar Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Kadar Etanol (%) v/v $y=22,165 + 0,0405$
1	6,22	7,516	0,827567855	0,088773726
2	4,249	5,017	0,84692047	0,090956516
3	2,853	3,982	0,716474134	0,076243417
4	5,261	8,26	0,636924939	0,067271029
5	2,584	3,872	0,667355372	0,07070329
				0,078789596

b. Resolusi

Resolusi Sampel Vodka menggunakan Kromatografi Gas Laboratorium
Kimia Terapan

3. Sampel	Senyawa	Waktu	
		Retensi	Lebar Puncak
1	Etanol	3,94	0,05
	Butanol	4,542	0,06
	Resolusi	10,94545455	
2	Etanol	3,287	0,05
	Butanol	4,583	0,07
	Resolusi	21,6	
3	Etanol	3,288	0,05
	Butanol	4,588	0,07
	Resolusi	21,66666667	
4	Etanol	3,287	0,05
	Butanol	4,58	0,06
	Resolusi	23,50909091	
5	Etanol	3,287	0,05
	Butanol	4,585	0,07
	Resolusi	21,63333333	
X rata-rata =		22,82424242	

Resolusi Sampel Vodka menggunakan Kromatografi Gas Laboratorium Bea
Cukai

Sampel	Senyawa	Waktu Retensi	Lebar Puncak	Resolusi
1	Etanol	12,111	0,09	60,73333
	Butanol	17,577	0,09	
2	Etanol	12,109	0,09	60,73333
	Butanol	17,575	0,09	
3	Etanol	12,108	0,09	64,30588
	Butanol	17,574	0,08	
4	Etanol	12,106	0,08	57,52632
	Butanol	17,571	0,11	
			Rata-rata	60,8247

6. LOD dan LOQ

Laboratorium Kimia Terapan

Konsentrasi	Y	Y'	(Y-Y')	(Y-Y') ²
0%	0	0,0405	-0,0405	0,00164
1%	0,255799	0,26215	-0,00635	4,03E-05
3%	0,718599	0,70545	0,013149	0,000173
5%	1,183929	1,14875	0,035179	0,001238
7%	1,665625	1,59205	0,073575	0,005413
10%	2,191005	2,257	-0,066	0,004355
Jumlah				0,01286
SY/X				0,0567
LOD				0,00767
LOQ				0,02558

Laboratorium Bea dan Cukai

Konsentrasi	Y	Y'	(Y-Y')	(Y-Y') ²
0%	0	0,0143	-0,0143	0,00020449
1%	0,3523	0,37816	-0,02586	0,00066874
3%	1,0744	1,10588	-0,03148	0,00099099
5%	1,8009	1,8336	-0,0327	0,00106929
7%	2,8151	2,56132	0,25378	0,064404288
10%	3,5038	3,6529	-0,1491	0,02223081
Jumlah				0,089568608
SY/X				0,149640075
LOD				0,012337719
LOQ				0,024616228

7. Presisi

Konsentrasi	Y	Y'	(Y-Y')	(Y-Y') ²
0%	0	0,0405	-0,0405	0,00164
1%	0,255799	0,26215	-0,00635	4,03E-05
3%	0,718599	0,70545	0,013149	0,000173
5%	1,183929	1,14875	0,035179	0,001238
7%	1,665625	1,59205	0,073575	0,005413
10%	2,191005	2,257	-0,066	0,004355
Jumlah				0,01286
SY/X				0,0567
LOD				0,00767
LOQ				0,02558

8. Akurasi

Laboratorium Kimia Terapan

Sampel	% Kadar Etanol
1	0,088773726
2	0,090956516
3	0,076243417
4	0,067271029
5	0,07070329
X rata-rata	0,078789596
Kadar Sebenarnya	19,70%
%Trueness	39,99471858

Laboratorium Bea Cukai

Sampel	% Kadar Etanol
1	0,088155624
2	0,085145931
3	0,09018023
4	0,089345221
X rata-rata	0,088206752
Kadar Sebenarnya	19,70%
%Trueness	44,77500076

9. Ketidakpastiaan

a. Ketidakpastiaan Kurva Kalibrasi

$$\text{Rumus : } \mu(cx) = \frac{Sx/y}{\text{slope}} x$$

$$\sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + (ysampel - ystandar)/b^2 \sum (xi - \bar{X})^2}$$

Laboratorium Kimia Terapan

X	(X - Xbar)	(X - Xbar)^2	Y sampel	Y std
0%	-4%	0,001877778	0,088773726	-0,0405
1%	-3%	0,001111111	0,090956516	0,215299274
3%	-1%	0,000177778	0,076243417	0,678098876
5%	1%	4,44444E-05	0,067271029	1,143429401
7%	3%	0,000711111	0,07070329	1,615754208
10%	6%	0,003211111		2,150504935
Xbar		0,007133333	0,078789596	0,960431116
			SD	0,01228
			1/p	0,2
			1/n	0,166666667
			b^2	726398,2441
			(ysmpl-ystd)	-0,88164152
			μ(cx)	8,7226E-06

Laboratorium Bea Cukai

X	(X - Xbar)	(X - Xbar)^2	Y sampel	Y std
0%	-4%	0,001877778	0,088155624	0,0143
1%	-3%	0,001111111	0,085145931	0,037816
3%	-1%	0,000177778	0,09018023	1,10588
5%	1%	4,44444E-05	0,089345221	1,8336
7%	3%	0,000711111		2,56132
10%	6%	0,003211111		3,6529
X bar	4%	0,007133333	0,088206752	1,534303
			SD	0,01228
			1/p	0,2
			1/n	0,166667
			b^2	726398,2
			(ysmpl-ystd)	-1,4461
			μ(cx)	8,7E-06

b. Ketidakpastiaan Volume Pipet Ukur

Rumus :

$$\mu V = \frac{V}{\sqrt{6}}$$

$$\mu T = \frac{V \times \beta \times \Delta^{\circ}\text{C}}{\sqrt{3}}$$

$$\mu Vc = \sqrt{(\mu V)^2 + (\mu T)^2}$$

Pipet ukur 1 mL (± 0,006 ; 20 ° C)

μ (V) =	0,002449
μ (T) =	0,000849
μ Vc =	0,00259

Pipet ukur 5 mL (± 0,03 ; 20 ° C)

μ (V) =	0,012247
μ (T) =	0,004244
μ Vc =	0,01296

c. Ketidakpastiaan Presisi

Laboratorium Bea Cukai

Sampel	Rasio Luas Area Sampel	Kadar	(C-Cbar) ²	Sd	μP	%RSD
1	0,335063053	0,088156	2,6E-09	0,00191	0,00135	2,16311
2	0,324111985	0,085146	9,4E-06			
3	0,342429784	0,09018	3,9E-06			
4	0,339391523	0,089345	1,3E-06			
C bar		0,08821	1,5E-05			

Laboratorium Kimia Terapan

Sampel	Rasio Luas Area Sampel	Kadar	(C-Cbar) ²	Sd	μP	%RSD
1	0,827567855	0,088773726	9,96829E-05	0,01063	0,00752	13,4957768
2	0,84692047	0,090956516	0,000148034			
3	0,716474134	0,076243417	6,48303E-06			
4	0,636924939	0,067271029	0,000132677			
5	0,667355372	0,07070329	6,53883E-05			
C bar		0,0787896	0,000452266			

$$y = 852.29x + 31.682$$

$$\text{Slope} = 852,29$$

$$\text{Intersep} = 31,682$$

d. Ketidakpastiaan Gabungan

Rumus :

$$\mu C = \pm Cx \sqrt{\left(\frac{\mu Vc1}{Vc1}\right)^2 + \left(\frac{\mu Vc2}{Vc2}\right)^2 + \left(\frac{\mu Cx}{Cx}\right)^2 + \left(\frac{\mu P}{p}\right)^2}$$

Laboratorium Kimia Terapan

$(\mu V_{c1}/V_{c1})^2$	6,7E-06
$(\mu V_{c2}/V_{c2})^2$	6,7E-06
$(\mu C_x/V_{C_x})^2$	1,49E-06
$(\mu P/P)^2$	3,10E-07
C_x	0,0787
μC	$0,0787896 \pm 0,0003$

Laboratorium Bea Cukai

$(\mu V_{c1}/V_{c1})^2$	6,7E-06
$(\mu V_{c2}/V_{c2})^2$	6,7E-06
$(\mu C_x/V_{C_x})^2$	1,49E-06
$(\mu P/P)^2$	3,89E-07
C_x	0,0882
μC	$0,0882 \pm 0,0003$

e. Ketidakpastiaan Diperluas

Rumus ; $\mu C \times 2$

$$0,0003 \times 2 = 0,0006 \text{ (Lab Kimia Terapan)}$$

$$0,0003 \times 2 = 0,0006 \text{ (Lab Kimia Bea Cukai)}$$