

BAB III

METODE PENELITIAN

A. Metode Penyesuaian Dengan Pendekatan Kajian Artikel

1. Deskripsi Metode Pendekatan Kajian Artikel

Kajian artikel merupakan suatu metode penelitian untuk pengambilan simpulan yang menggabungkan dua atau lebih penelitian sejenis sehingga diperoleh paduan data secara kuantitatif. Dilihat dari prosesnya, kajian artikel merupakan suatu studi observasional retrospektif, dalam artian peneliti membuat rekapitulasi data tanpa melakukan manipulasi eksperimental. Proses dalam melakukan kajian artikel adalah sebagai berikut:

- a. Mencari artikel penelitian yang terkait dengan Analisis Kadar pemanis buatan pada minuman dengan metode HPLC, dengan kriteria inklusi jurnal nasional dan internasional yang membahas Analisis Kadar pemanis buatan pada minuman dengan metode HPLC, tahun terbit artikel dalam rentang waktu 2012-2020 dan artikel dalam bentuk *fulltext*. Sedangkan kriteria eksklusi yaitu mencari artikel nasional dan internasional yang tidak membahas secara terperinci mengenai Analisis Kadar pemanis buatan pada minuman dengan metode HPLC, tahun terbit artikel dibawah tahun 2020 dan artikel tidak dalam *fulltext*.

- b. Melakukan perbandingan dari artikel-artikel penelitian yang ada dengan merujuk pada simpulan umum pada masing-masing artikel tanpa melakukan analisis statistik atau analisis mendalam pada data dan hasil penelitiannya.
- c. Menyimpulkan hasil perbandingan artikel disesuaikan dengan tujuan penelitian

2. Informasi Jumlah Dan Jenis Artikel

Penelitian ini menggunakan metode pendekatan kajian artikel dengan cara *me-review* artikel terkait. Artikel yang digunakan merujuk pada tema analisis kadar pemanis buatan pada minuman menggunakan metode HPLC. Pada proses *review* artikel digunakan jurnal berjumlah lima, terdiri dari satu jurnal internasional dan empat jurnal nasional yang terakreditasi.

Tabel 3.1 Informasi Jurnal Kajian Artikel

No	Nama jurnal	Judul jurnal	Penulis	Akreditasi	H- indeks	Doi
1	As-Syifaa	Analisis Kandungan Aspartam Yang Terdapat Pada Minuman Jajanan Anak Sekolah Yang Beredar Di Makassar Dengan Metode HPLC	Seniwati Dali, A.Trihadi Kusuma, dan Afiat Wahyuni Anar	S5	5	https://doi.org/10.33096/jifa.v5i2.57
2	Poltekita: Jurnal Ilmu Kesehatan	Analisis Kadar Siklamat Dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi Pada Minuman Jajanan Sekolah Di Kota Palu	Rusli Maudu, Bahja, Fahmi Hafid, dan Dewi Susetiyany Ichsan	S4	5	https://doi.org/10.33860/jik.v13i1.27
3	Periodic	Analisis Kadar Siklamat Dan Aspartam Pada Minuman Ringan Menggunakan HPLC Dengan Fasa Gerak Metanol-Buffer Phospat	Aulya Rahmah , Budhi Oktavia, dan Desy Kurniawati	Garuda		https://doi.org/10.24036/p.v1i2.2513
4	(IJHS) Indonesian Journal of Halal science	Analisis Pemanis Buatan Natrium Siklamat pada Minuman Ringan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	Tiofany Sulistio Ningtyas dan Imelda Fajriati	-	-	-
5	Journal of Economic Science Research	Optimization of Determination of Sucralose in Drink by HPLC	Sang Li dan Xingrong Chen	-	-	https://doi.org/10.30564/jesr.v2i3.1023

Isi Artikel Memaparkan isi dari artikel yang ditelaah dengan isi sebagai berikut:

a. Artikel Pertama

Judul Artikel : Analisis Kandungan Aspartam Yang Terdapat Pada Minuman Jajanan Anak Sekolah Yang Beredar Di Makassar Dengan Metode HPLC

Nama Jurnal : As-Syifaa

Penerbit :Fakultas Farmasi Universitas Muslim Indonesia Makassar

Volume & Halaman : Vol 05 & Hal. 162-168

Tahun Terbit : 2013

Penulis Artikel : Seniwati Dali, A.Trihadi Kusuma, dan Afiat Wahyuni Anar

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk menentukan kandungan dan kadar pemanis buatan “Aspartam” dan menetapkan kadar tersebut sesuai yang diterapkan Menteri Kesehatan

Metode Penelitian

1. Disain : Eksperimental

2. Populasi dan sampel : Proses sampling minuman dilakukan berdasarkan yang beredar di Makassar. Tujuh minuman dipilih untuk dijadikan sampel dalam penelitian.
3. Instrumen : Kromatografi cair kinerja tinggi dengan kondisi sebagai berikut :
- Fase diam : Oktadesilsilan dengan partikel 5 μm , 250 x 4,6 cm
- Fase gerak : Dapar natrium dihidrogen fosfat 10 mMol (pH 2,6) – asetonitril (82,5 : 17,5)
- Laju aliran : 1,2 ml/menit
- Detektor : Ultraviolet pada panjang gelombang 210 nm
- Volume penyuntikkan : 20 μL
4. Metode analisis : 1. Pembuatan Larutan Baku
- Sejumlah lebih kurang 25 mg aspartam baku, ditimbang seksama dimasukkan kedalam labu ukur 50 ml, ditambah 25 ml fase gerak, dikocok sampai larut dan diencerkan dengan fase gerak sampai tanda, kocok (A).

2. Pembuatan Larutan Uji

Sejumlah lebih kurang 10 gram cuplikan ditimbang seksama, dimasukkan ke dalam labu tentukur 50 ml ditambah 25 ml fase gerak, dikocok kemudian ditambah fase gerak hingga tanda, dikocok dan disaring dengan penyaring membran 0,45 μm dan di awaudarakan (sonikasi).

3. Penetapan Kadar

Larutan sampel masing-masing diinjeksikan secara terpisah dan dilakukan kromatografi cair kinerja tinggi

Hasil Penelitian

: Hasil penelitian tentang analisis kandungan aspartam yang terdapat pada minuman jajanan anak sekolah sebanyak 7 (A, B, C, D, E, F, G) yang beredar di Makassar dengan metode HPLC dapat dilihat pada tabel berikut ini:

Tabel 3.2 Analisis Kadar Aspartam Pada Minuman Jajanan Anak Sekolah A-G Dengan Menggunakan Metode HPLC

No	Sampel	Kadar mg/kg
1	A (orange)	7,5658
2	B (hijau)	198,3445
3	C (hitam)	258,0820
4	D (bening)	226,5515

5	E (cokelat muda)	-
6	F (biru muda)	45,5389
7	G (kuning)	140,3748

Kesimpulan dan Saran : Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan menunjukkan bahwa dari ketujuh sampel yang mengandung aspartam ada 6, yaitu sampel A, B, C, D, F, dan G. Dan kadar yang terdapat dalam minuman tersebut masih dalam range dan berada di bawah batas maksimum yang ditetapkan, yaitu 600 mg/kg . Sedangkan sampel E tidak mengandung Aspartam.

b. Artikel Kedua

Judul Artikel : Analisis Kadar Siklamat Dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi Pada Minuman Jajanan Sekolah Di Kota Palu

Nama Jurnal : Poltekita: Jurnal Ilmu Kesehatan

Penerbit : Poltekkes Kemenkes Palu

Volume & Halaman : Vol.13 & Hal. 17-24

Tahun Terbit : 2019

Penulis Artikel : Rusli Maudu, Bahja, Fahmi Hafid, dan Dewi Susetiany Ichsan

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui kadar siklamat pada minuman jajanan sekolah di Kota Palu

Metode Penelitian

1. Disain : Eksperimental
2. Populasi dan sampel : 20 sampel minuman di 8 (delapan) lokasi di Kota Palu pada tanggal 8-24 Agustus 2018.
3. Instrumen : KCKT, kondisi didesain sebagai berikut:
 - (a) Fase gerak: Metanol : air derajat KCKT (90:10). Gunakan Kolom C18 (25 cm x 4,6 mm), berukuran 5 μ m.
 - (b) Detektor UV pada gelombang Panjang 314 nm, Laju alir 1,2 ml/menit dengan volume penyuntikan 20 μ l.
4. Metode analisis : 1. Sampel
Penelitian ini menggunakan metode observasi untuk memperoleh sampel minuman di 8 (delapan) lokasi di Kota Palu pada tanggal 8-24 Agustus 2018. Kegiatan analisis kadar Siklamat pada Balai Pengawas Obat dan Makanan di Palu. Sampel sebanyak 20 minuman jajanan diperoleh dengan cara accidental sampling

2. Prosedur

Prinsip Kadar siklamat ditetapkan secara KCKT menggunakan detektor UV pada gelombang panjang 314 nm, kemudian diderivatisasi menjadi N-dikloro sikloheksilamin dengan memakai natrium hipoklorit dalam suasana asam. Bahan/Baku Perbandingan Natrium Siklamat BPFI, Pereaksi Larutan H_2SO_4 (Mengubah siklamat menjadi asam siklamat) kedalam gelas kimia berisi 200 ml aquades, kemudian ditambah 40 ml H_2SO_4 kadar pekat 95-97%. Aduk hingga menjadi merata. Larutan NaHCO_3 1% (buffer penahan pH) ditimbang 10 gram natrium bikarbonat, dimasukkan ke dalam gelas bertutup 1 L, lalu tambahkan aquades hingga tanda lalu dikocok hingga larut. Larutan $\text{NaClO} > 3\%$ (agen pendevirat) Metanol Sikloheksan

3. Penetapan Kadar

Cara Penetapan; Larutan sampel disuntikkan dengan terpisah kedalam alat KCKT, kondisi didesain sebagai berikut:

(a) Fase gerak: Metanol : air derajat KCKT (90:10). Gunakan Kolom C18 (25 cm x 4,6 mm), berukuran 5 μ m.

(b) Detektor UV pada gelombang panjang 314 nm, Laju alir 1,2 ml/menit dengan volume penyuntikan 20 μ l.

(c) Interpretasi Hasil Kadar siklamat (μ g/g atau mg/kg) dalam sampel dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

$$\text{Kadar Siklamat} = C_{sp} \times F \times w$$

C_{sp} =Kadar siklamat diperoleh dari perhitungan kurva kalibrasi (μ g/ml atau mg/kg)

F = Faktor pengenceran (ml)

W = Bobot (g)

Hasil Penelitian

: Hasil penelitian menunjukkan bahwa dari 20 pemeriksaan terdapat 7 sampel yang tidak memenuhi syarat perka BPOM < 350 mg/Kg atau 35% minuman yang menjadi sampel tidak memenuhi syarat ambang maksimum siklamat dalam minuman.

Tabel 3.3 Analisis kadar siklamat pada minuman jajanan Sekolah di Kota Palu tahun 2018

Kode sampel	Kadar siklamat (mg/kg)	Interpretasi hasil
1	172,98	Memenuhi persyaratan
2	118,24	Memenuhi persyaratan
3	212,41	Memenuhi persyaratan
4	674,41	Tidak memenuhi persyaratan
5	543,20	Tidak memenuhi persyaratan
6	1084,36	Tidak memenuhi persyaratan
7	58,24	Memenuhi persyaratan
8	143,72	Memenuhi persyaratan
9	103,24	Memenuhi persyaratan
10	212,41	Memenuhi persyaratan
11	586,87	Tidak memenuhi persyaratan
12	2963,43	Tidak memenuhi persyaratan
13	215,24	Memenuhi persyaratan
14	143,41	Memenuhi persyaratan
15	674,41	Tidak memenuhi persyaratan
16	514,63	Tidak memenuhi persyaratan
17	112,41	Memenuhi persyaratan
18	Dibawah batas deteksi	Memenuhi persyaratan
19	112,93	Memenuhi persyaratan
20	118,24	Memenuhi persyaratan

Kesimpulan dan Saran : Kadar Siklamat pada minuman jajanan sekolah di Kota Palu yang melebihi ambang batas perka BPOM < 350 mg/Kg sebanyak 35% dengan kadar 514,63 hingga 2963,43 mg/Kg. Disarankan agar penelitian lebih lanjut tentang meneliti tentang pengetahuan,

sikap dan perilaku penjaja minuman dilokasi yang melebihi ambang batas perka BPOM

c. Artikel Ketiga

Judul Artikel : Analisis Kadar Siklamat Dan Aspartam Pada Minuman Ringan Menggunakan HPLC Dengan Fasa Gerak Metanol-Buffer Phospat

Nama Jurnal : Periodic

Penerbit : Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Padang, Indonesia.

Volume & Halaman : Vol 1 & Halaman 1-5

Tahun Terbit : 2012

Penulis Artikel : Aulya Rahmah , Budhi Oktavia, dan Desy Kurniawati

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk melihat pengaruh pH dan konsentrasi eluen dalam penentuan kadar siklamat dan aspartam menggunakan HPLC. Selain itu juga untuk menentukan kadar siklamat dan aspartam dalam beberapa sampel minuman yang beredar di pasaran.

Metode Penelitian

1. Disain : Eksperimental
2. Populasi dan sampel : 8 sampel minuman yang dipilih. 5 sampel yang beredar di pasaran dan 3 di lingkungan sekolah.
3. Instrumen : HPLC agilent 1120 compact LC dengan kolom ODS C-18, spektrofotometer UV-VIS, peralatan gelas, oven, kertas pH, kertas saring, neraca analitik, botol reagen, labu ukur, erlenmeyer, botol semprot, batang pengaduk, pipet tetes.
4. Metode analisis : 1. Pembuatan Larutan Baku Siklamat, Aspartam Dan Buffer Fosfat
 - A) Pembuatan Larutan Baku Siklamat 5000 ppm**

Dibuat larutan standar dari bahan baku pembanding siklamat kadar 5000 ppm dengan menimbang 500 mg siklamat. Kemudian dilarutkan dalam gelas kimia dan di masukkan dalam labu ukur 100 ml menggunakan pelarut aquadest.
 - B) Pembuatan Larutan Baku Aspartam 5000 Ppm**

Dibuat larutan standar dari bahan baku pembanding aspartam kadar 5000 ppm dengan menimbang 500 mg aspartam. Kemudian dilarutkan dalam gelas kimia dan dimasukkan dalam labu ukur 100 ml menggunakan pelarut aquadest.

C) Pembuatan Larutan Standar Siklamat 250 ppm

Dibuat larutan standar siklamat dari larutan baku siklamat 5000 ppm dengan memipet 0,5ml larutan siklamat 5000 ppm. Kemudian dilarutkan dalam labu ukur 10 ml menggunakan pelarut aquadest.

D) Pembuatan Larutan Aspartam 500 ppm

Dibuat larutan standar aspartam dari larutan baku 5000 ppm dengan memipet 1ml aspartam. Kemudian dilarutkan dalam labu ukur 10 ml menggunakan pelarut aquadest

2. Penetapan Panjang Gelombang Pengukuran

Masing-masing larutan bahan baku pembanding tersebut diukur serapannya pada

panjang gelombang 200-300 nm menggunakan spektrofotometer, lalu dibuat kurva serapannya. Kemudian ditentukan panjang gelombang untuk analisis.

3. Penentuan Kondisi Optimum Untuk Penentuan Siklamat Dan Aspartam Secara HPLC

A) Penentuan pH Maksimum Pada Perbandingan Eluen 50:50

Campuran metanol dan buffer fospat dengan perbandingan 50:50 dengan berbagai kondisi pH buffer yaitu : pH 5.7, pH 6.2, pH 6.7, pH 7.2, pH 7.7. kemudian di pilih kondisi pH yang memberikan hasil pemisahan terbaik.

B) Penentuan Kondisi Optimum Pada pH Maksimum

Larutan campuran bahan baku pembanding siklamat dan aspartam disuntikkan sebanyak 20 µl ke dalam kolom menggunakan fasa gerak campuran metanol dan buffer phospat dengan berbagai kondisi yaitu : 10 : 90, 30 : 70, 50 : 50, 70 : 30, 90 : 10 pada pH maksimum.

4. Penentuan Kurva Regresi Linier Dari Larutan Standar Siklamat Dan Aspartame

Campuran larutan siklamat dan aspartam dengan variasi konsentrasinya siklamat 250 mg/L, 500 mg/L, 750 mg/L, 1000 mg/L dan 1250 mg/L, serta variasi konsentrasi aspartam 500 mg/L, 1000 mg/L, 1500 mg/L, 2000 mg/L dan 2500 mg/L diinjeksikan sebanyak 20 μ L kedalam kolom HPLC menggunakan kondisi optimum analisa yang telah ditentukan sebelumnya. Kurva kalibrasi dibuat berdasarkan konsentrasi (mg/L) dan luas puncak yang dihasilkan

5. Penentuan Kadar Siklamat Dan Aspartam Secara HPLC

Kondisi terpilih kemudian digunakan pada analisis sampel. Menggunakan kondisi terpilih, 20 μ l sampel diinjeksikan kedalam kolom dan dicatat waktu tambat puncak-puncak yang dihasilkan sampel. Jika puncak-puncak tersebut mempunyai waktu tambat yang kurang lebih sama dengan waktu tambat puncak bahan baku pembanding, maka dapat

disimpulkan bahwa pada sampel terdapat zat-zat tersebut.

Hasil Penelitian

: 1. Penentuan Panjang Gelombang

Pada pengukuran masing-masing senyawa tersebut didapat panjang gelombang maksimum (λ max) untuk siklomat adalah 268 nm dan untuk aspartam 258 nm.

2. Penentuan pH Maksimum

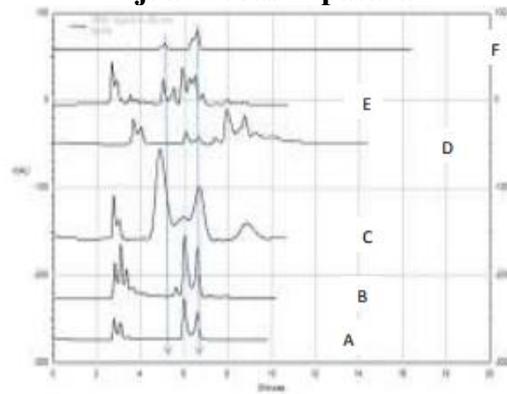
Dari variasi pH buffer fosfat yang digunakan, dalam pengukuran siklomat dan aspartam ini di dapat pH maksimum dari buffer fosfat yang baik untuk pemisahan siklomat dan aspartam adalah pada pH = 6,2. Ini dapat dilihat dari tinggi puncak dan luas puncak yang di berikan kromatogram pada masing-masing variasi pH yang di hasilkan.

3. Penentuan Kondisi Optimum

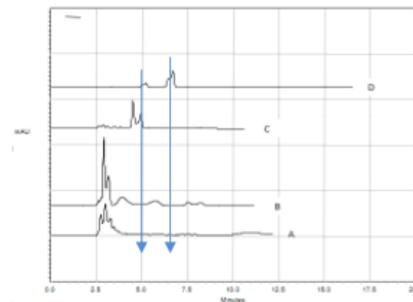
Sedangkan untuk variasi fasa gerak yang digunakan, didapatkan kondisi optimum fasa gerak untuk penentuan siklomat dan aspartam adalah Metanol : Buffer fosfat (20:80).

4. Penentuan Kadar Siklamat Dan Aspartame

Gambar 3. 1 Kromatogram Sampel Yang Dijual Bebas Dipasaran



Gambar 3. 2 Kromatogram Sampel Yang Dijual Bebas Disekolah



Dari 5 sampel minuman pasar yang di ambil, Untuk siklamat, dari 5 sampel yang diuji, hanya satu sampel yang tidak mengandung siklamat. Dan kadar siklamat yang tinggi terdapat pada sampel B yaitu sekitar 794,1 ppm. Sementara untuk aspartam, dari 5

sampel yang diuji, tidak satupun sampel yang mengandung aspartam. Untuk 3 sampel minuman yang beredar di sekolahan. Tidak ada satu pun dari sampel tersebut yang mengandung siklamat dan aspartam. Ini dapat dilihat dari kromatogram di bawah, di mana tidak ada puncak yang keluar pada masing-masing waktu retensi siklamat dan aspartam

Kesimpulan dan Saran

: 1. Siklamat dan aspartam memiliki panjang gelombang masing-masingnya yaitu 268 nm dan 258 nm. Analisa siklamat dan aspartam dengan menggunakan HPLC dilakukan pada panjang gelombang 263 nm, laju alir 1 ml/menit, pH buffer phospat 6,2 fasa gerak metanol:buffer phospat (20:80), kolom ODS C18.

2. Pada minuman ringan yang beredar di pasaran terdapat siklamat dengan konsentrasi tertinggi 794,11 ppm pada minuman ringan dengan kode B dan tidak satu pun juga dari sampel yang mengandung aspartam.

3. Pada minuman ringan yang beredar di sekolahan, tidak terdapat siklamat dan aspartam.

d. Artikel Keempat

Judul Artikel : Analisis Pemanis Buatan Natrium Siklamat pada Minuman Ringan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Nama Jurnal : (IJHS) Indonesian Journal of Halal science

Penerbit : Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga Yogyakarta

Volume & Halaman : Vol.001 & halaman 30-35

Tahun Terbit : 2020

Penulis Artikel : Tiofany Sulistio Ningtyas dan Imelda Fajriati

Isi Artikel

Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui apakah minuman ringan yang beredar di pasaran mengandung pemanis buatan natrium siklamat dengan kadar yang melebihi ambang batas atau tidak

Metode Penelitian

1. Disain : Eksperimental

2. Populasi dan sampel : Pada penentuan kadar natrium siklamat sampel yang digunakan adalah minuman ringan sebanyak empat buah jenis sampel.
3. Instrumen : Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini, antara lain seperangkat alat KCKT merk Shimadzu LC-20AT, kolom LiChrospher 100 RP-18 endcapped (5 μm , Merck) dengan panjang kolom 250x4,0 mm, pompa shimadzu, elmasonic S ultrasonic, spektrofotometer UV-Vis 1800 Double Beam Shimadzu, neraca analitik merk Ohaus, membran filter PTFE 0,45 μm dan 0,2 μm , dan seperangkat alat gelas.
4. Metode analisis : 1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum
Larutan baku standar natrium siklamat dibuat 1250 ppm sebanyak 100 mL dengan cara ditimbang standar natrium siklamat sebesar 125 mg menggunakan neraca analitik. Lalu, larutan baku 500 ppm standar natrium siklamat diukur serapannya pada panjang gelombang 200-400 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Lalu, dibuat kurva

serapannya dan ditentukan panjang gelombang maksimum

2. Prosedur Penyiapan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Alat KCKT digunakan kolom LiChrospher 100 RP-18 endcapped (5 μm , Merck) dengan panjang kolom 250x4,0 mm, detektor UV-Vis, dan panjang gelombang yang digunakan adalah 220 nm. Setelah alat KCKT difungsikan, maka pompa dijalankan dan fase gerak dibiarkan mengalir sampai terbentuk base line yang stabil.

3. Penentuan Kondisi Optimum Fase Gerak

Pada tahap ini kromatografi komposisi fase gerak divariasikan menjadi 30:70, 40:60, 50:50, 60:40, 70:30, dan 80:20 v/v untuk mendapatkan kondisi optimumnya. Fase gerak yang digunakan terdiri dari dua, yaitu metanol:akuabides dan asetonitril:akuabides. Pada tahap ini, metanol, asetonitril, dan akuabides disaring menggunakan membran filter PTFE 0,45 μl dan diultrasonic selama 15 menit. Larutan standar natrium siklamat

diinjeksikan sebanyak 20 μL ke dalam kolom. Laju alir yang digunakan pada penentuan kondisi optimum fase gerak sebesar 1 mL/menit

4. Penentuan Kondisi Optimum Laju Alir

Laju alir divariasikan menjadi 0,5 mL/menit dan 1 mL/menit untuk mendapatkan kondisi optimumnya. Pada tahap ini, fase gerak metanol:akuabides dan asetonitril:akuabides pada kondisi optimum dicari kondisi optimum laju alirnya. Larutan standar natrium siklamat diinjeksikan sebanyak 20 μL ke dalam kolom.

5. Pembuatan Kurva Kalibrasi

Larutan natrium siklamat dengan konsentrasi 250, 500, 750, 1000, dan 1250 ppm. Masing-masing larutan disaring menggunakan membran filter PTFE 0,2 μm , dan diultrasonic selama 15 menit. Lalu, diinjeksikan ke dalam KCKT sebanyak 20 μl . Panjang gelombang maksimum yang digunakan sebesar 220 nm. Kemudian didapatkan data luas area dari kromatogram

dan dibuat kurva kalibrasi antara konsentrasi vs luas area.

6. Preparasi Sampel

Sebanyak 1 gram sampel ditimbang dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL kemudian diencerkan dengan akuabides hingga tanda batas. Lalu, sampel disaring menggunakan membran filter PTFE 0,2 μm dan diultrasonic selama 15 menit.

7. Penetapan Kadar Sampel

Sampel diinjeksikan sebanyak 20 μl ke dalam KCKT dengan panjang gelombang maksimum 220 nm. Fase gerak yang digunakan adalah asetonitril:akuabides (40:60 v/v) dengan laju alir 1 mL/menit, berdasarkan penentuan kondisi optimum dalam pemilihan komposisi fase gerak dan kecepatan laju alir.

Hasil Penelitian

: 1. Panjang Gelombang Maksimum

Panjang gelombang maksimum natrium siklomat diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang ultraviolet 200-400 nm.

Pengukuran tersebut menghasilkan panjang gelombang 220 nm.

2. Optimasi Fase Gerak

Penentuan optimasi fase gerak metanol : akuabides dipilih kondisi optimum dengan komposisi fase gerak asetonitril : akuabides (40:60 v/v) dikarenakan memiliki nilai efisiensi yang paling baik, yaitu sebesar 14000,01.

3. Penentuan Laju Alir

Sehingga dipilih fase gerak asetonitril:akuabides (40:60 v/v) sebagai fase gerak yang optimum dengan laju alir 1 mL/menit.

4. Penentuan Natrium Siklomat Dalam Minuman

Tabel 3.4 Kadar Natrium Siklomat Dalam Sampel

Sampel	W (gram)	F _p	Luas area	Kadar (ppm)
A	1,185	10	507156	142,59
B	1,125	10	100645	26,68
C	1,147	10	270501	77,26
D	1,536	10	51871	8,69

Keterangan: A: Sampel minuman ringan es kopyor; B: Sampel minuman ringan es nata

de coco; C: Sampel minuman es teler; D: Sampel minuman energy

Berdasarkan hasil perhitungan, Kadar sampel A sebesar 142,59 ppm. Kadar tersebut sudah melebihi ambang batas yang sudah ditetapkan, yaitu sebesar 100 ppm (BSN, 2004). Sampel B memiliki kadar natrium siklamat sebesar 26,68 ppm, sampel C sebesar 77,26 ppm, dan sampel D sebesar 8,69 ppm.

Kesimpulan dan Saran

: Kondisi optimum hasil optimasi metode penetapan kadar natrium siklamat menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi adalah menggunakan fase gerak asetonitril:akuabides (40:60 v/v) dengan laju alir 1 mL/menit, panjang gelombang maksimum sebesar 220 nm, menggunakan kolom LiChrosper 100 RP-18 dengan panjang kolom 250x4,0 mm, suhu kolom 40°C, dan tekanan 280 kgf/cm².

Kadar sampel A sebesar 142,59 ppm. Kadar tersebut sudah melebihi ambang batas yang sudah ditetapkan, yaitu sebesar 100 ppm

(BSN, 2004). Untuk sampel B memiliki kadar natrium siklamat sebesar 26,68 ppm, sampel C sebesar 77,26 ppm, dan sampel D sebesar 8,69 ppm

e. Artikel Kelima

Judul Artikel	: Optimization of Determination of Sucralose in Drink by HPLC
Nama Jurnal	: Journal of Economic Science Research
Penerbit	: Bilingual publishing co
Volume & Halaman	: Volume 02 & halaman 51-54
Tahun Terbit	: 2019
Penulis Artikel	: Sang Li dan Xingrong Chen

Isi Artikel

Tujuan Penelitian	: Untuk mengoptimalkan metode penentuan Sukralosa dalam minuman dengan tinggi kromatografi cair kinerja (HPLC)
-------------------	--

Metode Penelitian

1. Disain	: Eksperimental
2. Populasi dan sampel	: 2 sampel minuman yang digunakan dalam penelitian
3. Instrumen	: Grafik kromat cair kinerja tinggi (dengan RID-20A), Neraca analitik , Pembersih

ultrasonic, Konsentrator peniup nitrogen , Kolom ekstraksi fase, Filter membran (0,45 μ m), Sukralosa (Kemurnian 98,8%), Asetonitril, Metanol, Dipotassium phosphate

4. Metode analisis

: 1. Kondisi kromatografi

Tabel 3.5 Kondisi Metode Eksperimental

Metode	National standar (GB)	My research
Kolom	GL Sciences Inc. 4.6 mm \times 150 mm, 5 μ m	
Fase Gerak	Acetonitrile : Water = 89:11 (V:V)	Methanol : 0.125% K ₂ HPO ₄ =4 0:60 (V:V).
Laju Alir	1.0 mL/min	0.8 mL/min
Temp Kolom	35°C	35°C
Temp Detektor	35°C	35°C
Volume injeksi	20 μ L	20 μ L

2. Persiapan Larutan Standar

Larutan stok: timbang 0,100 g sukralosa dalam volume 10 ml labu ukur secara akurat, larutkan sepenuhnya dengan air murni, dan kemudian mencapai skala dengan konstan volume. Konsentrasinya sekitar 10 mg/mL. Simpan pada 2^o menjadi 8^o C selama 6 bulan.

3. Penetapan Kurva Kerja Standar

Jauhkan larutan stok masing-masing dan encerkan ke rangkaian konsentrasi berikut:

20,50,100,200,400 mg/L. Ukuran sampel adalah 20 μ L. Ambil konsentrasinya (X, mg/L) sebagai koordinat horizontal, dan luas puncak (Y) sebagai koordinat vertikal, buat kurva kerja standar.

4. Preparasi Sampel

5g (akurat hingga 0,001 g) sampel ditimbang secara akurat dan ditempatkan dalam tabung sentrifugal plastik 25 mL, diencerkan dengan 5mL air ultra-murni, dikocok pada vortex mixer selama 30 menit, dan disentrifugasi selama 10 menit pada 3000r/min. Semua supernatan dipindahkan ke padatan yang telah diaktifkan sebelumnya kolom ekstraksi fase, dan laju aliran cairan diatur dikendalikan pada 1 tetes per detik. Ketika tingkat cairan pada kolom sekitar 2 mm, 1mL air ultra-murni ditambahkan, dan laju aliran cairan dijaga tidak lebih dari 1 tetes per detik. Setelah cairan benar-benar habis dari kolom, tambahkan 3mL metanol untuk dielusi, lalu kumpulkan eluen metanol. Eluen dikeringkan dengan menggunakan nitrogen peniup.

Setelah residu dilarutkan dalam 1.00 ml ponsel fase, larutan disaring melalui filter 0,45m selaput. Filtrat adalah larutan sampel yang disiapkan.

Hasil Penelitian

: 1. Optimalisasi Kondisi Kromatografi

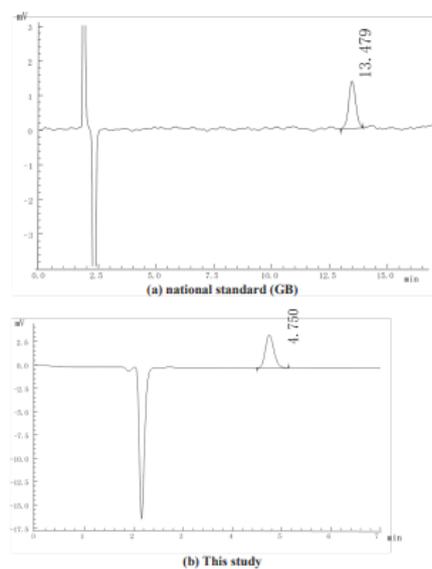


Figure 2. Chromatogram of Sucralose standard

Gambar 3.3 Kromatogram Standar Sukralosa

Dapat dilihat dari gambar 2(a) dan (b) bahwa puncak waktu GB relatif terlambat dan nilai respons relatif rendah. Dalam penelitian ini, waktu puncak target lebih awal dari metode GB, yang dipersingkat waktu lebih dari satu kali, dan nilai respons secara signifikan lebih tinggi daripada metode GB.

Tabel 3.6 Uji Laju Recovery Sukralosa Pada Penelitian Ini Pada Minuman Asam Karbon (Sampel Positif)

Items	Area	Concentration (mg/L)	Average (mg/L)	RSD %
Sample	81048	432,65	433,03	0,55
	81015	432,38		
	81220	433,57		
	81195	433,43		

Tidak ada perbedaan yang signifikan dalam konsentrasi sampel yang diperoleh dengan uji-T (P 0,05).

3. Uji Presisi

Gambar 3. 4 Kurva Kalibrasi Sukralosa

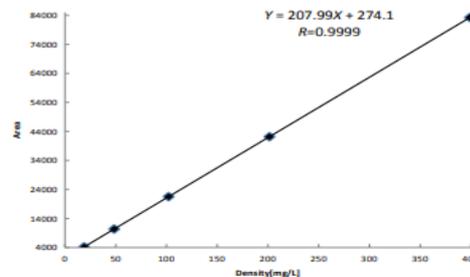


Figure 3. Calibration curve of sucralose

Tabel 3.7 Ketepatan Metode Kandungan Sukralosa Dalam Penelitian Ini

Standardized concentration (mg/L)	Area	Concentration (mg/L)	Average (mg/L)	Relative standard deviation (%)
200	41917	200.22	200.25	3,6
	41925	200.25		
	41917	200.21		
	41921	200.23		
	41934	200.30		
	41932	200.29		

Sampel konten yang sama ditentukan 6 kali dengan standar deviasi RSD sebesar 3,6%,

terlihat pada tabel 6. Seperti yang ditunjukkan pada gambar 3, konsentrasi sukralosa memiliki hubungan linier yang baik dengan luas puncak, konsentrasi (X, mg/L) adalah koordinat horizontal, puncak luas (Y) adalah koordinat vertikal, persamaan regresi adalah $Y=207.99X+274.1$, dan koefisien korelasinya adalah 0.9999. Rentang linier adalah 20~400 mg/L.

Kesimpulan dan Saran : Dalam penelitian ini, metode standar nasional yang dioptimalkan adalah digunakan untuk mendeteksi sukralose dalam minuman, yang stabil dalam operasi dan sepenuhnya dapat memenuhi kebutuhan analisis harian di hal presisi, akurasi dan batas deteksi, juga dibandingkan dengan standar pengujian nasional.

