

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **A. Metode Penyesuaian dengan Pendekatan Kajian Artikel**

##### **1. Deskripsi metode dengan pendekatan kajian artikel**

Kajian artikel adalah pengkajian yang berisikan ringkasan dari hasil-hasil penelitian tentang topik-topik yang sama, serta sebagai suatu ringkasan atau evaluasi yang menggabungkan dua atau lebih dari penelitian-penelitian yang dilakukan. Kajian artikel merupakan studi observasional retrospektif atau dapat dikatakan peneliti membuat rekapitulasi data tanpa melakukan manipulasi eksperimental. Proses kajian artikel dapat dilakukan sebagai berikut :

- a. Mencari artikel penelitian yang terkait dengan analisis kandungan bahan pengawet natrium benzoat pada berbagai macam minuman.
- b. Melakukan perbandingan dari artikel penelitian sebelumnya dengan merujuk kepada kesimpulan umum pada tiap artikel tanpa melakukan analisis statistik atau analisis yang mendalam pada data dan hasil penelitian.
- c. Menyimpulkan hasil perbandingan artikel dengan menyesuaikan tujuan penelitian.

Penyusunan kajian artikel dilakukan dengan mengumpulkan jurnal artikel yang sejenis dengan kata kunci zat pengawet, natrium benzoat dan berbagai macam minuman. Jurnal artikel dikumpulkan melalui jurnal nasional dan internasional yang sudah terakreditasi dan

keabsahannya dapat dipertanggungjawabkan. Jurnal nasional yang digunakan telah sesuai dan di periksa melalui portal sinta indonesia, serta jurnal internasional yang digunakan juga dipastikan kualitasnya melalui Bangladesh Pharmaceutical Journal/Bangladesh Academy of Sciences.

## 2. Informasi jumlah dan jenis artikel

Penelitian ini menggunakan 5 jurnal acuan sebagai data yang akan diteliti sebagai dasar penyusunan hasil dan pembahasan yang akan di analisis. Jurnal yang digunakan yaitu 1 jurnal internasional yang telah dipastikan kesesuaiannya melalui Bangladesh Pharmaceutical Journal/Bangladesh Academy of Sciences, 4 jurnal nasional yang terakreditasi sinta S5, S4 dan S3 dan ber-ISSN. Jurnal yang diperoleh merupakan jurnal original atau hasil dari penelitian.

**Tabel 3.1 Informasi jumlah dan jenis artikel**

No.	Judul	ISSN	Sinta	H-index
1.	Analisis Kadar Pengawet Natrium Benzoat Pada Produk Minuman Berkarbonasi Dengan Metode HPLC	2085-4714	S5	-
2.	Analisis Kadar Natrium Benzoat pada Sirup Kayu Manis dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi	2655-1322	S3	-
3.	Penetapan Kadar Natrium Benzoat Pada Minuman Isotonik Berbagai Merk Yang Dijual Disalah Satu Swalayan Kota Cirebon	2548-1398	S4	-
4.	Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat pada Sari Kedelai di Beberapa Kecamatan di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis	2407-6082	S4	-
5.	<i>Identification and Quantification of Sodium Benzoate in Different Brands of Mango Juices Available in Tangail Region, Bangladesh</i>	-	-	20-26

### 3. Isi artikel

Berikut isi dari jurnal artikel yang di telaah:

#### a. Artikel pertama

Judul	: Analisis Kadar Pengawet Natrium Benzoat Pada Produk Minuman Berkarbonasi Dengan Metode HPLC
Nama jurnal	: As-Syifaa Jurnal Farmasi
Penerbit	: Fakultas Farmasi Universitas Muslim Indonesia
Volume dan halaman	: Vol 06 (02) : Hal. 112-117
Tahun terbit	: 2014
Penulis	: Rahmawati, Rachmat Kosman, Nurmaya Effendi, Nur Ismayani
Tujuan penelitian	: untuk menentukan kadar pengawet natrium benzoat dalam minuman berkarbonasi dengan menggunakan metode <i>High Performance Liquid Chromatography</i> (HPLC) fase terbalik.

#### Metode penelitian

Desain	: Ekperimental
Teknik	
Pengambilan sampel	: -
Populasi dan Sampel	: Sampel yang digunakan untuk menentukan jumlah natrium benzoat berupa 4 merek minuman berkarbonasi diambil dari wilayah kota Makassar
Instrument	: <i>High Performance Liquid Chromatography</i> (HPLC) fase terbalik, <i>Beaker glass</i> 100 mL (pyrex), Branson ultrasonik, erlenmeyer 250 mL (pyrex), HPLC (Shimadzu Tipe

LC10AT), labu ukur 10, 50, 100, 1000mL (pyrex), membran filter diameter 0,45 $\mu$ m, pipet volume 2 dan 5mL, timbangan analitik.

#### Metode Analisis

##### 1) Penyiapan sampel

4 merk minuman berkarbonasi, dipreparasi menggunakan branson ultrasonik untuk menghilangkan gelembung gasnya.

##### 2) Pereaksi yang digunakan:

- a) Fase gerak dapar fosfat : metanol (95:5), 950mL dapar fosfat pH 6,8 dan 50mL metanol 60% ke dalam labu takar 1000mL
- b) Larutan baku induk : 50,87mg baku standar natrium benzoat dalam metanol 60% ad 50mL
- c) Larutan baku kerja : masing-masing (0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 dan 5,0mL) larutan baku induk dalam metanol 60% ad 50mL.

##### 3) Penentuan kandungan natrium benzoat

Larutan A dan B diinjeksikan ke dalam HPLC, kemudian kolom dibuat pada partikel silika 5 $\mu$ m, 4,6mm x 25cm. Selanjtnya fase gerak : dapar fosfat : metanol (95:5), disaring dengan membran filter 0,45 $\mu$ m dan didiamkan luas area diukur pada 225nm.

#### Hasil penelitian

##### 1) Hasil identifikasi dan penetapan kadar natrium benzoat

**Tabel 3.2 Hasil pengukuran baku standar natrium benzoat**

Kode sampel	X ( $\mu$ g/mL)	Kadar (mg/kg)	Kadar rata-rata (mg/kg)	SD	RSD
A1	5,7149	48,2773			
A2	5,6912	48,2213	47,6907	0,9678	2,0293
A3	5,759	46,5736			
B1	18,0597	152,574			
B2	18,1041	152,8577	152,9348	0,4048	0,2647
B3	18,1955	153,3727			
C1	16,0321	269,1816			
C2	16,2821	275,3322	271,4082	3,4085	1,2559

C3	15,9414	269,4082			
D1	8,4849	358,4156			
D2	8,3678	353,2014	357,3797	3,7687	1,0545
D3	8,5894	360,5222			

Kode sampel A merupakan nilai kadar rata-rata yang rendah dibandingkan nilai kadar sampel B, C, D.

#### Kesimpulan dan saran

Kadar natrium benzoat dalam minuman berkarbonasi sampel A adalah 47,69 mg/kg, sampel B adalah 152,93 mg/kg, sampel C adalah 271,40 mg/kg, dan sampel D adalah 357,37 mg/kg yang memenuhi persyaratan peraturan BPOM No. 11 tahun 2019 yaitu 400 mg/kg.

#### b. Artikel kedua

Judul : Analisis Kadar Natrium Benzoat pada Sirup Kayu Manis dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Nama jurnal : Jurnal Kartika Kimia

Penerbit : Program Studi Farmasi, STIKES Harapan Ibu Jambi

Volume dan halaman : Vol 3, (2) : Hal. 48-52

Tahun terbit : 2020

Penulis : Armini Hadriyati\*, Mukhlis Sanuddin, Aulia Fitri

Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui adanya kandungan dan kadar natrium benzoat didalam sirup kayu manis menggunakan metode yang digunakan adalah kromatografi cair kinerja tinggi fase terbalik

#### Metode penelitian

Desain : Ekperimental

Teknik

- Pengambilan sampel : -
- Populasi dan Sampel : Sampel yang digunakan untuk menentukan jumlah natrium benzoat berupa sirup kayu manis
- Instrument : Spatula, beaker glass (pyrex®), Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) (Shimadzu LC6AD®), kolom ODS (250 × 4,6mm) (Shimadzu Simpack®), labu ukur (pyrex®), kertas saring whatman no. 1, cawan penguap, pipet volume (pyrex®), dan timbangan analitik.

#### Metode Analisis

- 1) Penyiapan fase gerak  
Fase gerak *methanol* HPLC *grade* dan aquabidest (15:85). *Methanol* HPLC *grade* dan aquabidest (3:97). *Methanol* HPLC *grade* dan aquabidest (80:20).
- 2) Penyiapan larutan standar natrium benzoat:  
0,01g natrium benzoat dilarutkan dengan *methanol* HPLC *grade* dalam labu ukur 50mL, sampai diperoleh konsentrasi 20 ppm
- 3) Pembuatan kurva kalibrasi larutan standar natrium benzoat  
Dilakukan dengan konsentrasi 2ppm, 4ppm, 6ppm, 8ppm, dan 10ppm, ditambah *methanol* HPLC *grade*. Larutan diinjeksi sebanyak 20 $\mu$ L, diukur pada 225nm.
- 4) Penentuan kadar dalam sampel  
Sampel sebanyak 5g dilarutkan dengan *methanol* HPLC *grade*. Larutan dipipet 5mL pada labu ukur 10mL dan tambahkan *methanol* HPLC *grade*. Sebanyak 20 $\mu$ L diinjeksikan ke alat KCKT dan absorbansi diukur pada 225nm.

#### Hasil penelitian

- 1) Analisis penetapan kadar natrium benzoat

**Tabel 3.3 Hasil penetapan kadar natrium benzoat dalam sampel**

Sampel	Luas Area	Kadar (mg/kg)	Kadar rata-rata (mg/kg)
Sirup Kayu Manis I	5662072	114,60	113,53
	5657579	112,98	
	5631831	113,02	
Sirup Kayu Manis II	5123398	103,16	103,36
	5171628	103,33	
	5147456	103,58	

Sirup kayu manis I memiliki nilai kadar rata-rata yang tinggi dibandingkan sirup kayu manis II.

#### Kesimpulan dan saran

Kedua sampel terbukti mengandung natrium benzoat dengan kadar natrium benzoat sebesar 113,53 mg/kg dan 103,36 mg/kg, serta berada dalam nilai batas maksimum.

#### c. Artikel ketiga

Judul : Penetapan kadar natrium benzoat pada minuman isotonik berbagai merk yang dijual disalah satu swalayan kota Cirebon

Nama jurnal : Jurnal Ilmiah Indonesia

Penerbit : Akademi Analis Kesehatan An Nasher Cirebon

Volume dan halaman : 4, No. 4, Hal. 192

Tahun terbit : 2019

Penulis : Supriyatin

Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui adanya Natrium Benzoat pada minuman isotonik berbagai merk dan untuk mengetahui kadar Natrium Benzoat pada minuman isotonik berbagai merk yang dijual di salah satu Swalayan Kota Cirebon

Metode penelitian

Desain : Eksperimental

Teknik

Pengambilan sampel : -

Populasi dan

Sampel : Sampel yang digunakan untuk menentukan jumlah natrium benzoat berupa minuman isotonic berbagai merk di salah satu Swalayan Kota Cirebon

Instrument : Gelas, buret, dan timbangan analitik

Metode analisis

## 1) Preparasi sampel

10 buah minuman *isotonic* berbagai merk yang dijual di salah satu Swalayan Kota Cirebon.

## 2) Penentuan kadar natrium benzoat

10 minuman *isotonic* diteliti selanjutnya di lakukan pengujian kuantitatif. Dilakukan dengan cara titrasi dan dihitung kadarnya.

Hasil penelitian

## 1) Analisis Kadar Natrium Benzoat

**Tabel 3.4 Hasil perhitungan kadar natrium benzoat**

Kode sampel	Volume sampel (ml)	Berat sampel (g)	Volume titran NaOH (ml)	Kadar Na-benzoat (mg/kg)
7a	50,0	50,0245	1,9	244
	50,0	50,0239	1,7	
7b	50,0	50,0329	1,8	244
	50,0	50,0320	1,8	
7c	50,0	50,0288	2,0	264
	50,0	50,0300	1,9	

**Tabel 3.5 Hasil pengolahan kadar natrium benzoat**

Kadar Na-Benzoat (mg/kg)	Keterangan
244	MS
244	MS



Kesimpulan dan saran

Kadar Natrium Benzoat pada minuman isotonik didapatkan hasil terendah 244 mg/kg dan tertinggi 264 mg/kg.

d. Artikel keempat

Judul : Validasi Metode Penetapan Kadar Pengawet Natrium Benzoat pada Sari Kedelai di Beberapa Kecamatan di Kabupaten Tulungagung Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis

Nama jurnal : Jurnal Sains dan Kesehatan

Penerbit : STIKes Karya Putra Bangsa, Tulungagung

Volume dan halaman : Vol 3. No. 2. Hal. 120

Tahun terbit : 2021

Penulis : Siti Awwalul Amanatur Rohmah, Afidatul Muadifah\*, Rahma Diyan Martha

Tujuan Penelitian : Untuk mengetahui kadar natrium benzoat pada susu kedelai di 3 kecamatan di Kabupaten Tulungagung dengan menggunakan instrumen Spektrofotometer UV-Vis

Metode penelitian

Desain : Eksperimental

Teknik

Pengambilan sampel : -

Populasi dan

Sampel : Sampel yang digunakan untuk menentukan jumlah natrium benzoat berupa sari kedelai

Instrument : Spektrofotometer UVVis merk Inesa UV-Vis N4S, statif dan klem, buret, kompor

listrik, indikator pH, neraca analitik (*Ohaus*), labu ukur, gelas beker, gelas ukur, pipet volum, corong, batang pengaduk, erlenmeyer.

### Metode Analisis

#### 1) Preparasi sampel

Sampel sebanyak 40g, ditambahkan 3g NaCl serbuk kedalam labu ukur 100mL. Tambah 40mL larutan NaCl jenuh dan 10mL NaOH 10% sampai bersifat alkalis ( $\text{pH} \pm 10$ ). Tambahkan 2mL HCl kemudian diencerkan dengan larutan NaCl jenuh.

#### 2) Penentuan kadar natrium benzoat

Larutan sampel dipipet sebanyak 5mL, dimasukkan kedalam labu ukur 50mL, ditambahkan dengan 2mL HCl 0,1 N, dicek ( $\text{pH} = 2$ ) ditambahkan aquades, diukur pada panjang gelombang maksimum (226nm) dengan Spektrofotometer UV-Vis.

### Hasil penelitian

#### 1) Analisis penetapan kadar natrium benzoat

**Tabel 3.6 Penetapan Kadar Natrium Benzoat Dalam Sari Kedelai**

<b>Sampel</b>	<b>Kadar<math>\pm</math>SD (ppm)</b>
A	92,243 $\pm$ 0,039
B	80,286 $\pm$ 0,039
C	99,04 $\pm$ 0,063
D	101,483 $\pm$ 0,025
E	80,143 $\pm$ 0,038

5 sampel sari kedelai menunjukkan nilai kadar natrium benzoat berada dibawah batas maksimum.

### Kesimpulan dan saran

Kelima sampel dikatakan memenuhi persyaratan yaitu  $< 600\text{mg/kg}$ , dimana batas maksimum penggunaan bahan pangan (Natrium benzoat) pada sari sayur atau buah sebesar  $600\text{ mg/kg}$ .

e. Artikel kelima

Judul	: <i>Identification and Quantification of Sodium Benzoate in Different Brands of Mango Juices Available in Tangail Region, Bangladesh</i>
Nama jurnal	: <i>Bangladesh Pharmaceutical Journal</i>
Penerbit	: Department of Food Technology and Nutritional Science, Mawlana Bhashani Science and Technology University, Santosh, Tangail-1902, Bangladesh
Volume dan halaman	: 20 (1), 20-26
Tahun terbit	: 2017
Penulis	: Shamoli Akter, Md. Abu Zubair, Md. Shahinul Haque Khan, Luthfunnesa Bari, Md. Azizul Huq and Mohammad A. Rashid
Tujuan Penelitian	: Untuk menentukan natrium benzoat dalam berbagai merek jus mangga disajikan
<u>Metode penelitian</u>	
Desain	: Eksperimental
Teknik	
Pengambilan sampel	: -
Populasi dan Sampel	: Sampel yang digunakan untuk menentukan jumlah natrium benzoat adalah berbagai jenis jus mangga dari pasar lokal dan pasar super di tangail, bangladesh
Instrument	: : Spektrofotometer UV, HPLC <i>Shimadzu</i> .

Metode Analisis

## 1) Penyiapan fase gerak

Satu ml asam asetat glasial dan 1000mg natrium asetat diambil dalam labu ukur 1000ml yang berisi sekitar 50ml air deionisasi

dan dikocok dengan baik. 200ml asetonitril ditambahkan ke 800ml larutan buffer asetat dan diaduk rata.

- 2) Pembuatan larutan standar natrium benzoat  
50mg natrium benzoat anhidrat diambil dalam labu ukur 50ml. Disaring dengan filter jarum suntik. Larutan stok standar-1 diberi label sebagai 1,0mg/ml. Larutan-2 diberi label sebagai larutan standar 80g/ml.
- 3) Preparasi sampel  
5,0ml jus mangga Ditambahkan 50% asetonitril encer. 10ml larutan ditambahkan pelarut yang sama. Konsentrasi sampel diberi label sebagai 20µl/ml. 1,5ml larutan disaring menggunakan sampel filter (ukuran pori 0,2µm) ke dalam tabung *Eppendorf*. 20 µl campuran sampel disuntikkan ke kolom HPLC.
- 4) Analisis natrium benzoat  
Sampel jus 1,0ml diencerkan dengan fase gerak, selanjutnya diencerkan (1:10) dengan fase gerak. Campuran yang diencerkan dipindahkan ke tabung *Eppendorf* kering dan disentrifugasi selama 15 menit. Larutan dipindahkan ke vial HPLC kering dan disuntikkan ke kolom untuk deteksi dan kuantifikasi. Maksimal natrium benzoat ditemukan pada 254 nm.

#### Hasil penelitian

- 1) Analisis konsentrasi natrium benzoat (mg/100ml) pada semua merek jus.

**Tabel 3.7 Konsentrasi natrium benzoat dalam sampel jus**

Sampel	konsentrasi natrium benzoat (mg/100ml)			Mean	SD	CV (%)
Merk 1	35.11	28.04	28.10	30.41 <sup>c</sup>	4.06	13.36
Merk 2	5.45	6.81	7.16	6.47 <sup>a</sup>	0.90	0.0013
Merk 3	47.53	46.77	46.56	46.95 <sup>d</sup>	0.51	1.086
Merk 4	12.05	12.98	12.43	12.48 <sup>b</sup>	0.46	3.68
Merk 5	7.57	8.94	7.85	8.12 <sup>a</sup>	0.72	8.86

Merk 6	8.65	8.7	8.39	8.58 <sup>a</sup>	0.16	1.86
--------	------	-----	------	-------------------	------	------

#### Kesimpulan dan saran

Semua merek jus mangga berada dalam kisaran standar BPOM (600 mg/kg), US FDA 0,1% (1000mg/kg). Berdasarkan standar BSTI jus merk-1 dan merk-3 melebihi kadar natrium benzoat standar BSTI kisaran (150,0mg/kg).