

## **BAB IV**

### **PROSEDUR KERJA**

#### **4.1. Sampel**

##### **4.1.1. Pengumpulan Sampel**

Sampel yang digunakan berupa minuman serbuk dalam kemasan sachet yang beredar di pasar Bandung. Sampel yang digunakan diambil dari sebuah toko di Pasar Suci. Sampel yang diperoleh sebanyak enam buah sampel dengan merek yang berbeda namun dengan jenis kemasan yang sama. Metode pengambilan sampel ini dilakukan melalui teknik random sampling. Pengambilan sampel melalui pengujian terlebih dahulu setelah survei nama-nama toko di Pasar Suci. Dari pengujian tersebut muncullah satu nama toko yang kemudian sampel itu diambil dari toko tersebut.

##### **4.1.2. Preparasi Sampel**

Sampel minuman kemasan digerus dan ditimbang sebanyak 5 gram. Ke dalam 5 gram sampel ditambahkan 25 ml akuabidestilata dan genapkan dengan akuabidestilata hingga 50 ml. Dilakukan pengenceran dengan diambil 1 ml dengan digenapkan dengan akuabidestilata 25 ml. lalu dilakukan pengenceran dengan diambil 1 ml dan genapkan dengan akuabidestilata 10 ml. Campuran diaduk selama 5 menit dan dibiarkan 10 menit, kemudian saring dengan menggunakan kertas saring.

Filename: BAB IV  
Directory: F:\sidang  
Template: C:\Users\user\AppData\Roaming\Microsoft\Templates\Normal.dotm  
Title:  
Subject:  
Author: DELL  
Keywords:  
Comments:  
Creation Date: 1/26/2014 4:57:00 PM  
Change Number: 6  
Last Saved On: 6/30/2015 12:00:00 AM  
Last Saved By: DELL  
Total Editing Time: 10 Minutes  
Last Printed On: 7/7/2015 3:43:00 PM  
As of Last Complete Printing  
Number of Pages: 1  
Number of Words: 161 (approx.)  
Number of Characters: 923 (approx.)



## 4.2. Penetapan Kondisi Analisis

### 4.2.1. Penentuan Kondisi Optimum KCKT

Prosedur Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dengan mode fase terbalik ini mempunyai spesifikasi sebagai berikut :

- a. Kolom : C-18 10  $\mu$ m (250 x 4,6 mm)
- b. Fase Gerak : Asetonitril : Akuabidestilata (40 :60)
- c. Deteksi : 220 nm
- d. Laju Alir : 1 mL/menit
- e. Volume injeksi : 20  $\mu$ L

### 4.2.2. Pembuatan Larutan Standar Aspartam

Dibuat larutan standar aspartam 500 ppm, yaitu dengan cara ditimbang 50 mg aspartam dan dilarutkan dan diencerkan dalam 100 mL akuabidest. Larutan stok ini kemudian dapat diencerkan untuk memperoleh larutan dengan konsentrasi yang diinginkan.

## 4.3. Uji Kesesuaian KCKT

Larutan standar Aspartam pada konsentrasi 100 ppm diinjek 7 kali pada KCKT, kemudian dilihat luas area, waktu retensi, nilai resolusi, dan faktor ikutan (*tailing factor*) dan dihitung nilai standar deviasi. Nilai RSD yang baik harus  $\leq 2.0\%$

#### **4.4. Kinerja Analitik**

##### **4.4.1. Pembuatan Kurva Kalibrasi**

Larutan baku Aspartam 500 ppm diencerkan menjadi enam konsentrasi yang berbeda. Varian konsentrasi yang dipilih yaitu 80, 90, 100, 110, 120 dan 130 ppm. Larutan tersebut dibuat dengan cara mengambil 1,6; 1,8; 2,0; 2,2; 2,4 dan 2,6 mL, lalu dimasukkan masing-masing ke dalam labu ukur 10 mL dan diencerkan dengan akuabidest hingga 100 mL kemudian dikocok.

Masing –masing larutan kemudian dimasukkan ke dalam vial KCKT dan dianalisis waktu retensi serta luas areanya.

##### **4.4.2. Akurasi**

Sampel yang sudah diketahui kadarnya ditambahkan baku aspartam 500 ppm kemudian ditentukan luas area uji. Nilai luas area uji terukur dibandingkan dengan luas area uji terhitung dan ditentukan simpangan baku. Percobaan dilakukan triplo.

##### **4.4.3. Presisi**

Sampel yang sudah diketahui kadarnya ditambahkan baku aspartam 500 ppm kemudian ditentukan RSD. Syarat nilai RSD yang memenuhi syarat yaitu 20%. Percobaan dilakukan triplo.

#### 4.4.4. Batas Deteksi (LOD)

Batas deteksi Aspartam ditentukan menggunakan KCKT pada kadar analit yang memberikan respon sebesar respon blangko ( $y_b$ ) ditambah dengan 3 simpangan baku blangko ( $3S_b$ ).

#### 4.4.5. Batas Kuantitasi (LOQ)

Batas konsentrasi analit terendah dalam sampel yang dapat ditentukan dengan presisi dan akurasi yang dapat diterima pada kondisi operasional metode yang digunakan. Sebagaimana *LOD*, *LOQ* juga diekspresikan sebagai konsentrasi (dengan akurasi dan presisi juga dilaporkan).

### 4.5. Analisis Aspartam

#### 4.5.1 Analisis Kualitatif Aspartam dengan Metode KCKT

Analisis kualitatif aspartam ditentukan menggunakan KCKT pada sistem yang telah sesuai berdasarkan nilai  $R_f$  puncak pada kromatogram.

#### 4.5.2. Analisis Kuantitatif Aspartam dengan Metode KCKT

Untuk penetapan kadar aspartam pada serbuk minuman kemasan yang beredar di pasaran, sebelumnya dilakukan pembelian sampel beberapa merek serbuk minuman kemasan yang pada labelnya mengklaim akan kandungan aspartam. Penyiapan larutan uji dilakukan dengan cara dilakukan perlakuan yang sama seperti pada pembuatan larutan uji pada presisi. Masing-masing sampel dilakukan pengulangan pengujian minimal 2 kali. Masing-masing larutan uji tersebut kemudian

disuntikkan ke dalam sistem KCKT sesuai prosedur yang telah dipilih pada uji optimasi. Kromatogram yang dihasilkan diamati dan perhitungan kadar aspartam dilakukan menggunakan kurva kalibrasi.



Filename: Bab IV Lanjutan  
Directory: F:\sidang  
Template: C:\Users\user\AppData\Roaming\Microsoft\Templates\Normal.dotm  
Title:  
Subject:  
Author: DIAN  
Keywords:  
Comments:  
Creation Date: 1/26/2014 7:15:00 PM  
Change Number: 9  
Last Saved On: 6/30/2015 12:00:00 AM  
Last Saved By: DELL  
Total Editing Time: 28 Minutes  
Last Printed On: 7/7/2015 3:43:00 PM  
As of Last Complete Printing  
Number of Pages: 4  
Number of Words: 487 (approx.)  
Number of Characters: 2,782 (approx.)

