

BAB III BAHAN DAN METODE

3.1. Waktu dan Tempat Penelitian

Lokasi pengambilan sampel diambil di beberapa toko di kota Medan dan lokasi penelitian di analisis di Laboratorium Kimia Universitas Medan Area, waktu penelitian ini dilaksanakan pada bulan Desember sampai Februari 2015.

3.2. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu neraca analitik, pipet tetes, tabung reaksi, Beaker glass, gelas ukur, gelas Erlenmeyer, corong pisah, batang pengaduk, bunsen, penyangga kaki tiga, kertas saring, aluminium foil, dan Spektrofotometer UV.

Bahan yang digunakan yaitu sampel minuman kemasan, bahan kimia yang digunakan yaitu HCl (asam klorida), BaCl₂ (barium klorida), NaNO₂ (natrium nitrit), CH₃COOH (asam asetat), C₄H₈O₂ (etil asetat), NaOH (natrium hidoksida), C₆H₁₂ (sikloheksan), H₂SO₄ (asam sulfat), NaOH (natrium hidoksida), NaOCl (natrium hipoklorit), dan H₂O (aquadest).

3.3. Metode Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode deskriptif yaitu memberikan gambaran secara kualitatif dan kuantitatif tentang keberadaan siklamat pada 15 sampel merk minuman kemasan yang beredar di kota Medan seperti Fanta (1), Pulpy Mango (2), Happy Jus (3), Teh Botol (4), Floridina (5), Marimas (6), Frenta (7), Teh Sisri (8), Finto (9), Segar Sari Sweetz (10), Kuku Bima Ener-g (11), Pop Dringk (12), Nutri Jeruk (13), X-Teh (14), dan Kulo (15). Analisis sampel dilakukan secara kualitatif dan kuantitatif di laboratorium, dan

hasilnya dibandingkan dengan standard Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia Nomor 4 Tahun 2014 Tentang Batas Maksimum Penggunaan Bahan Tambahan Pangan Pemanis.

3.4 Prosedur Kerja

Penelitian yang dilakukan terdiri dari 4 tahap yaitu penyediaan larutan pereaksi, preparasi sampel, analisis kualitatif senyawa siklamat, dan analisis kuantitatif kadar siklamat.

3.4.1. Penyediaan Larutan Pereaksi

Pereaksi yang digunakan terdiri dari HCl (asam klorida) 10%, BaCl₂ (barium klorida) 10%, NaNO₂ (natrium nitrit) 10%, NaOH (natrium hidroksida) 10 N, NaOH (natrium hidroksida) 0,5 N, H₂SO₄ (asam sulfat) 30%, NaOCl (natrium hipoklorit) 1%, Larutan Baku Siklamat, dan Larutan Blanko.

3.4.1.1. Larutan HCl (asam klorida) 10%

Diambil 10 ml HCl pekat P.A. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, dan ditambahkan aquadest hingga tanda batas.

3.4.1.2. Larutan BaCl₂ (barium klorida) 10%

Diambil 10 g BaCl₂ P.A. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, dan ditambahkan aquadest hingga tanda batas.

3.4.1.3. Larutan NaNO₂ (natrium nitrit) 10%

Diambil 10 g NaNO₂ P.A. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, dan ditambahkan aquadest hingga tanda batas.

3.4.1.4. Larutan NaOH (natrium hidroksida) 10 N

Diambil 40 g NaOH P.A. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, dan ditambahkan aquadest hingga tanda batas.

3.4.1.5 Larutan NaOH (natrium hidroksida) 0,5 N

Diambil 2 g NaOH P.A. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, dan ditambahkan aquadest, hingga tanda batas.

3.4.1.6 Larutan H₂SO₄ (asam sulfat) 30%

Diambil 30 ml asam sulfat P.A. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, dan ditambahkan aquadest, hingga tanda batas.

3.4.1.7 Larutan NaOCl (natrium hipoklorit) 1%

Diambil 1 ml natrium hipoklorit P.A. Kemudian dimasukkan ke dalam labu takar 100 ml, dan ditambahkan aquadest, hingga tanda batas.

3.4.2 Analisis Kualitatif Siklamat Metode Pengendapan

Prosedur kerja menurut (SNI 01-2893-1992), ditimbang sebanyak 100 ml sampel pada labu Erlenmeyer. Ditambahkan aquadest sampai tanda. Disaring dengan kertas saring, kemudian ditambahkan 10 ml larutan HCl 10%. Ditambahkan 10 ml larutan BaCl₂ 10%, dibiarkan 30 menit. Disaring menggunakan kertas saring. Ditambahkan 10 ml larutan NaNO₂ 10% dilakukan diruang asam. Dipanaskan diatas bunsen atau penangas air pada suhu sekitar 125-130°. Hasil yang didapat sekitar 20-30 menit setelah dipanaskan adalah endapan putih berarti sampel mengandung siklamat.

3.4.3 Analisis Kuantitatif Kadar Siklamat Metode Spektrofotometri UV

Pemeriksaan kuantitatif kadar siklamat menggunakan metode spektrofotometri UV menurut penelitian Cahyadi (2006), terdapat 2 tahap yaitu : Preparasi Sampel dan Pengukuran Kadar Siklamat.

3.4.3.1 Preparasi Sampel

Dipipet sejumlah 50 ml sampel, dimasukkan kedalam corong pisah pertama, ditambahkan 2,5 ml asam asetat pekat. Setelah dingin, ditambahkan 50 ml etil asetat, dikocok selama 2 menit. Dipisahkan lapisan etil esetat dan ambil 40 ml, bagian yang jernih, kemudian dimasukkan kedalam corong pisah ke-II. Dikocok 3 kali dengan 15 ml air, dikumpulkan lapisan air, dimasukkan kedalam corong pisah ke-III, ditambahkan 1 ml natrium hidroksida 10 N, 5 ml sikloheksan dan dikocok selama 1 menit. Dipisahkan lapisan air dan dimasukkan ke dalam corong pisah ke-IV, ditambahkan 2,5 ml asam sulfat 30 %, 5 ml sikloheksan, 5 ml larutan hipoklorit 1% dan dikocok selama 2 menit. Lapisan air dibuang, lapisan sikloheksan ditambahkan 25 ml air, dikocok dipisahkan dan diambil lapisan bagian bawah.

3.4.3.2 Larutan Baku Siklomat

Ditimbang sejumlah 50 mg natrium siklomat, kemudian dimasukkan kedalam labu 50 ml dan dilarutkan dengan air sampai tanda. Dipipet larutan baku masing-masing 1 ml; 2 ml; 4 ml; 6 ml; 8 ml dimasukkan ke dalam labu ukur 50 ml yang berbeda, ditambahkan air sampai tanda dan diperlakukan sama seperti larutan uji, mulai dari baku tersebut dimasukkan ke dalam corong kemudian, ditambahkan 1 mL natrium hidroksida 10 N, 5 ml sikloheksan dan dikocok selama 1 menit. Dipisahkan lapisan air dan dimasukkan ke dalam corong pisah ke-II, ditambahkan 2,5 ml asam sulfat 30%, 5 ml sikloheksan, 5 ml larutan natrium hipoklorit 1% dan dikocok selama 2 menit. Lapisan air dibuang, lapisan sikloheksan dicuci dengan 25 ml NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit.

Dibuang lapisan bawah, pada lapisan sikloheksan ditambahkan 25 ml air dikocok, dipisahkan dan diambil bagian bawah.

3.4.3.3 Larutan Blanko

Dipipet 50 ml air, dimasukkan ke dalam corong pisah pertama, ditambahkan 2,5 mL asam asetat pekat, setelah dingin, ditambahkan 50 ml etil asetat, dikocok selama 2 menit. Dipisahkan lapisan etil asetat dan ambil 40 ml, bagian yang jernih, kemudian dimasukkan kedalam corong pisah ke-II. Dikocok 3 kali dengan 15 ml air, dikumpulkan lapisan air, dimasukkan kedalam corong pisah ke-II, ditambahkan natrium hidroksida 10 N, 5 ml sikloheksan dan dikocok selama 1 menit. Dipisahkan lapisan air dan dimasukkan kedalam corong pisah ke-IV, ditambahkan 25 ml asam sulfat 30%, 5 ml sikloheksan, 5 ml larutan hipoklorit 1% dan dikocok selama 2 menit. Dibuang lapisan bawah, pada lapisan sikloheksan ditambahkan 25 ml air, dikocok, dipisahkan, dan diambil lapisan bagian bawah.

3.4.3.4 Pengukuran Kadar Siklamat

Masing-masing larutan baku, larutan blanko, dan preparasi sampel diukur menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 314 nm, kemudian dihitung kadar siklamat selanjutnya hasil kadar siklamat dibandingkan sesuai dengan ambang batas. Adapun rumus perhitungan kadar siklamat sebagai berikut :

$$\text{Kadar Siklamat} = \frac{\text{Absorbansi Sampel}}{\text{Absorbansi Standar}} \times \text{Konsentrasi Standar}$$