

Lampiran

Lampiran 1. Skema kerja

1. Analisis Kualitatif

a) Analisis kualitatif sakarin uji reaksi warna

Sebanyak 50 mL sampel ditambahkan 5 mL HCl 25%



Ekstraksi dengan 25 mL eter (Setelah larutan terpisah) eter diuapkan



tambahkan 15 tetes H₂SO₄ pekat dan 40 mg resorcinol (0,04 gram)



panaskan di api kecil sampai berubah warna menjadi coklat



Setelah larutan dingin, tambahkan 5 mL aquadest dan NaOH 10%



sampel positif mengandung sakarin apabila terjadi perubahan warna menjadi hijau fluoresens (hijau kekuningan)

b) Analisis kualitatif siklamat dengan uji pengendapan

Sebanyak 100 mL sampel dimasukkan ke dalam Erlenmeyer



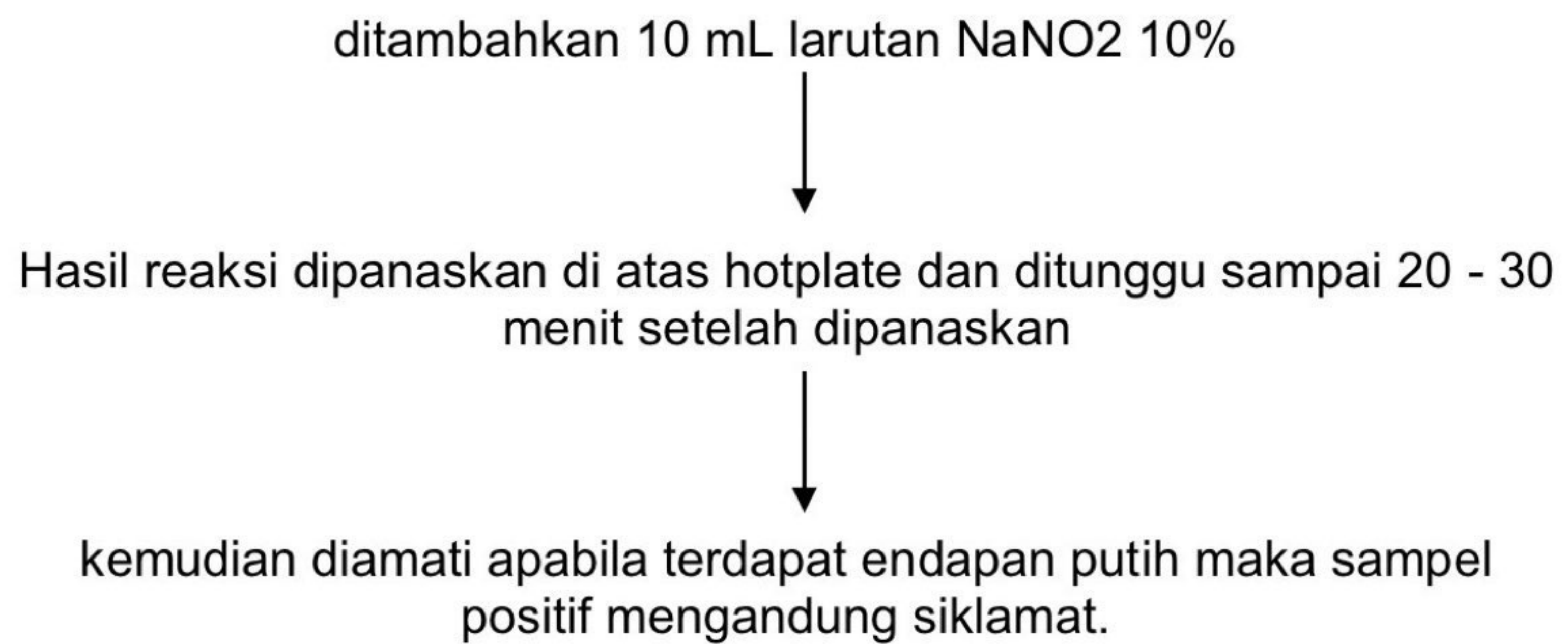
Ditambahkan arang aktif hingga larut disaring dengan kertas Whatmann 42



tambahkan 10 mL larutan HCl 10% dan 10 ml larutan BaCl₂ 10%, didiamkan selama 30 menit



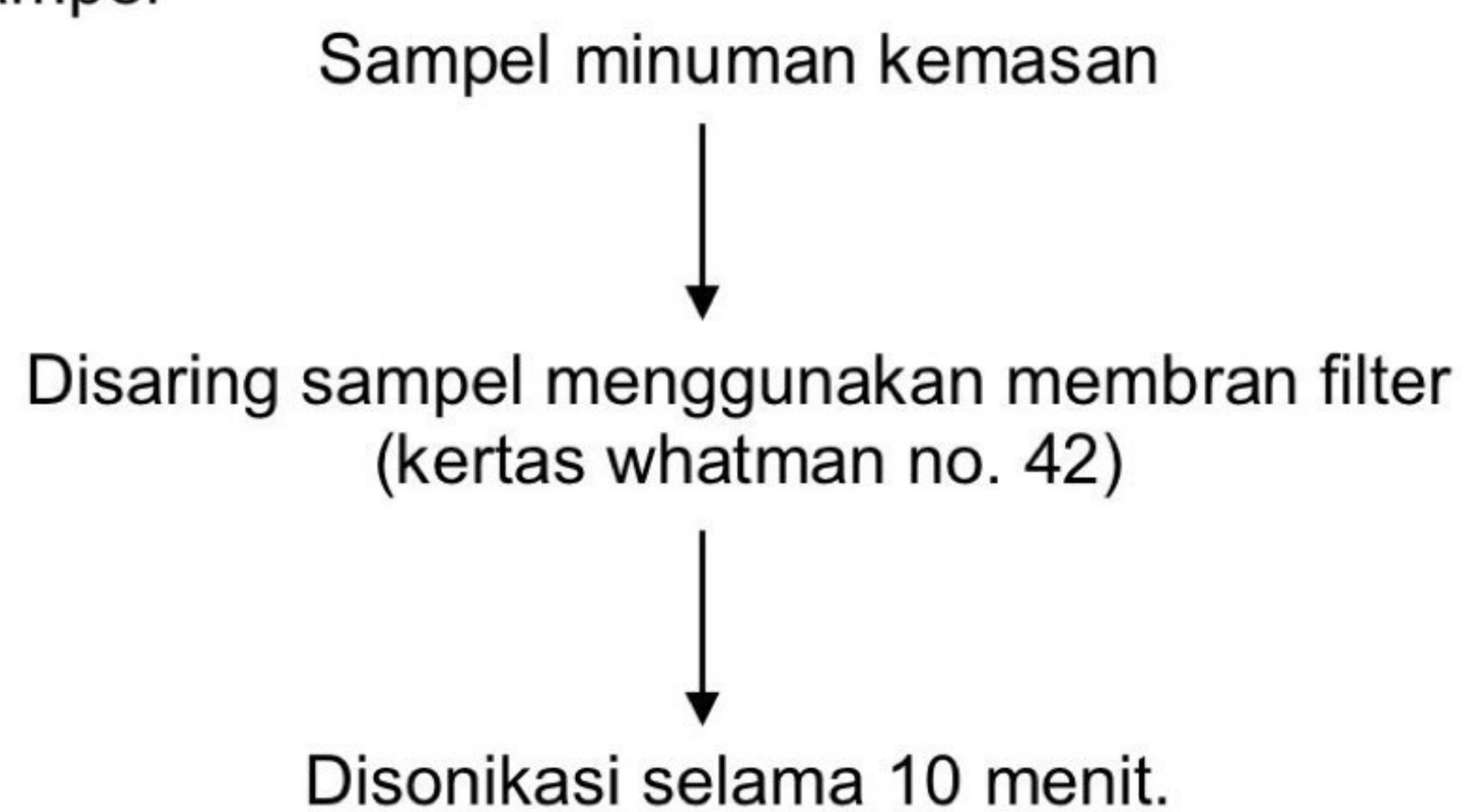
disaring kembali dengan kertas saring Whatmann 42 dan



2. Analisis Kuantitatif

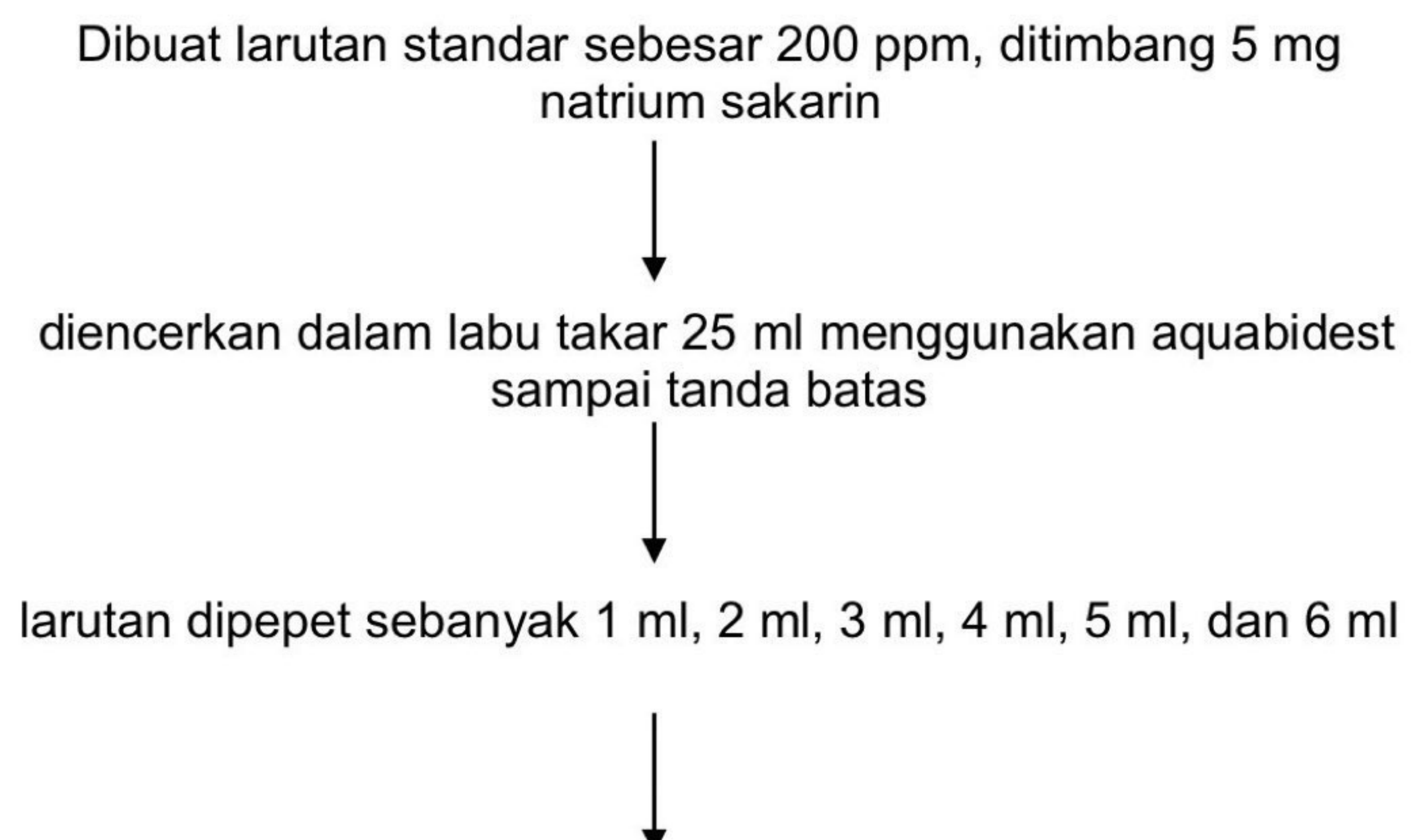
Metode HPLC (High Performance Liquid chromatography)

1. Preparasi Sampel



2. Pembuatan Larutan Standar

a) Membuat larutan standar Sakarin



dilarutkan dan diencerkan dalam labu takar 10 ml menggunakan aquabidest sampai tanda batas.



Kemudian larutan tersebut diukur luas area dan waktu retensinya dengan menggunakan HPLC.

b) Membuat larutan standar natrium siklamat

Dibuat larutan standar sebesar 200.000 ppm, ditimbang 10 gram natrium sakarin



diencerkan dalam labu takar 50 ml menggunakan aquabidest sampai tanda batas



larutan dipepet sebanyak 1,5 ml, 3 ml, 4,5 ml, 6 ml, 7,5 ml, dan 9 ml



dilarutkan dan diencerkan dalam labu takar 10 ml menggunakan aquabidest sampai tanda batas.



Kemudian larutan tersebut diukur luas area dan waktu retensinya dengan menggunakan HPLC.

c) Pengukuran sampel

Gunakan kolom oktadesilsilana (C₁₈) ukuran partikel 5 µm



Atur panjang kolom 125 mm dan diameter dalam 4 mm, suhu 27°C



Metode isokratik dilakukan dengan

fase gerak Asetonitril : Air (5 : 95) dengan laju alir 1 ml/menit



detektor yang digunakan adalah ultraviolet pada panjang gelombang 200 nm serta volume sampel yang diinjeksikan 20 μ l.



catat hasil data yang diperoleh pada monitor

Lampiran 2. Sampel yang digunakan



Gambar 4. Sampel minuman kemasan
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 3. Gambar Preparasi sampel

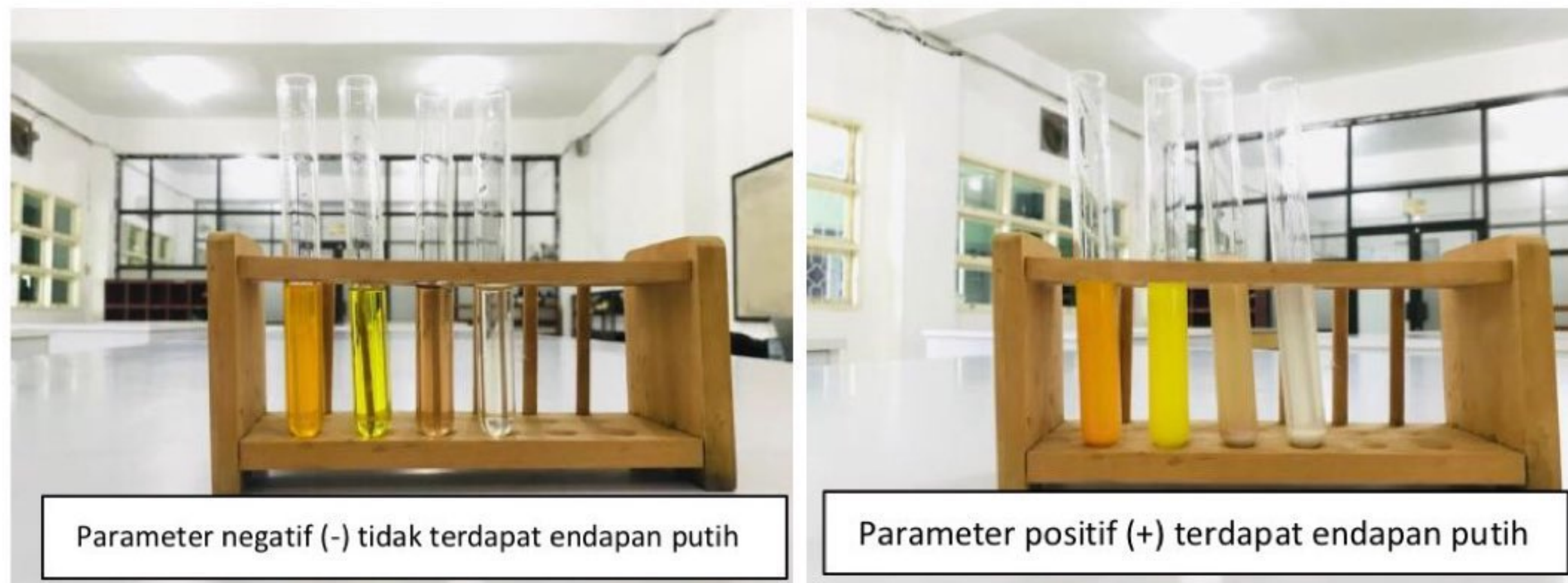


Gambar 5. Preparasi sampel minuman kemasan
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 4. Hasil Analisis Kualitatif Uji Pengendapan Siklamat



Gambar 6. Hasil Uji Pengendapan
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

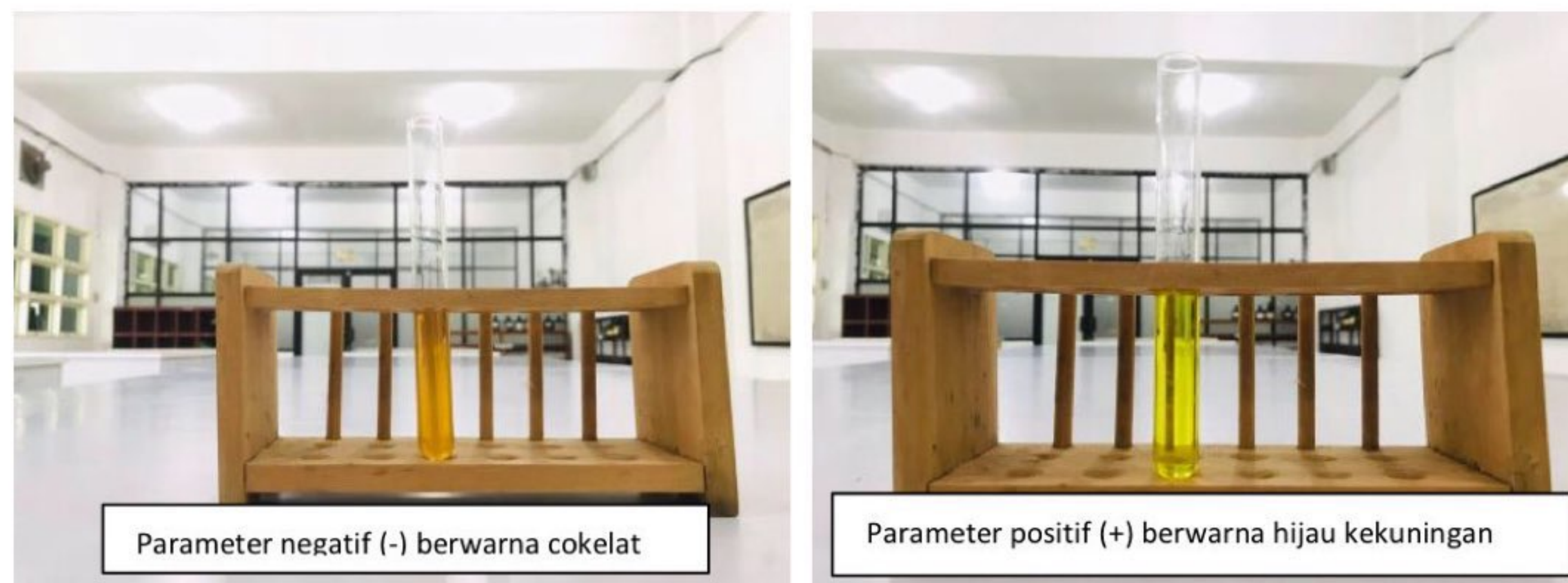


Gambar 7. Parameter Uji pengendapan Siklamat
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 5. Hasil Analisis Kualitatif Uji Warna Sakarin

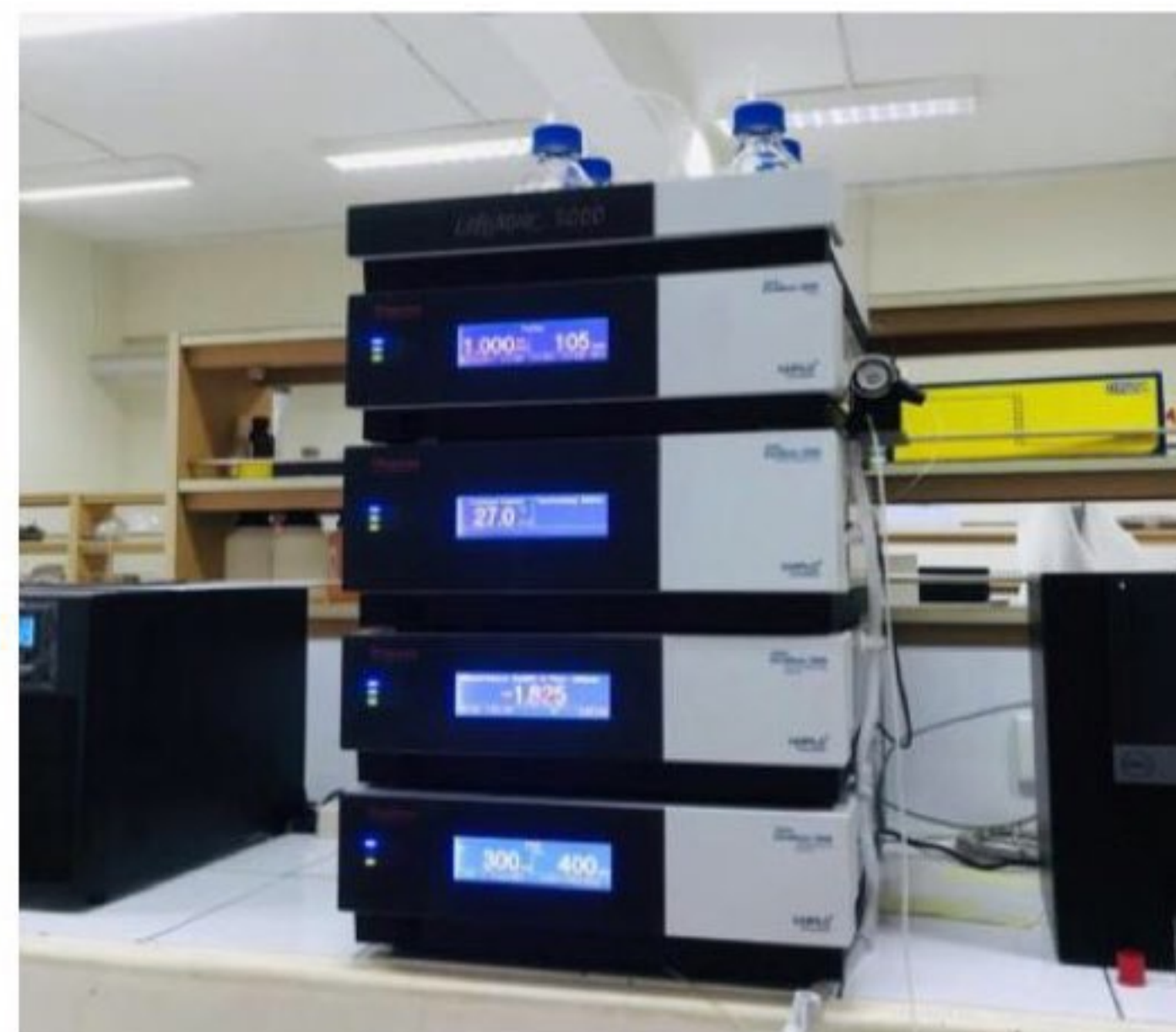


Gambar 8. Hasil Uji Warna sakarin
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

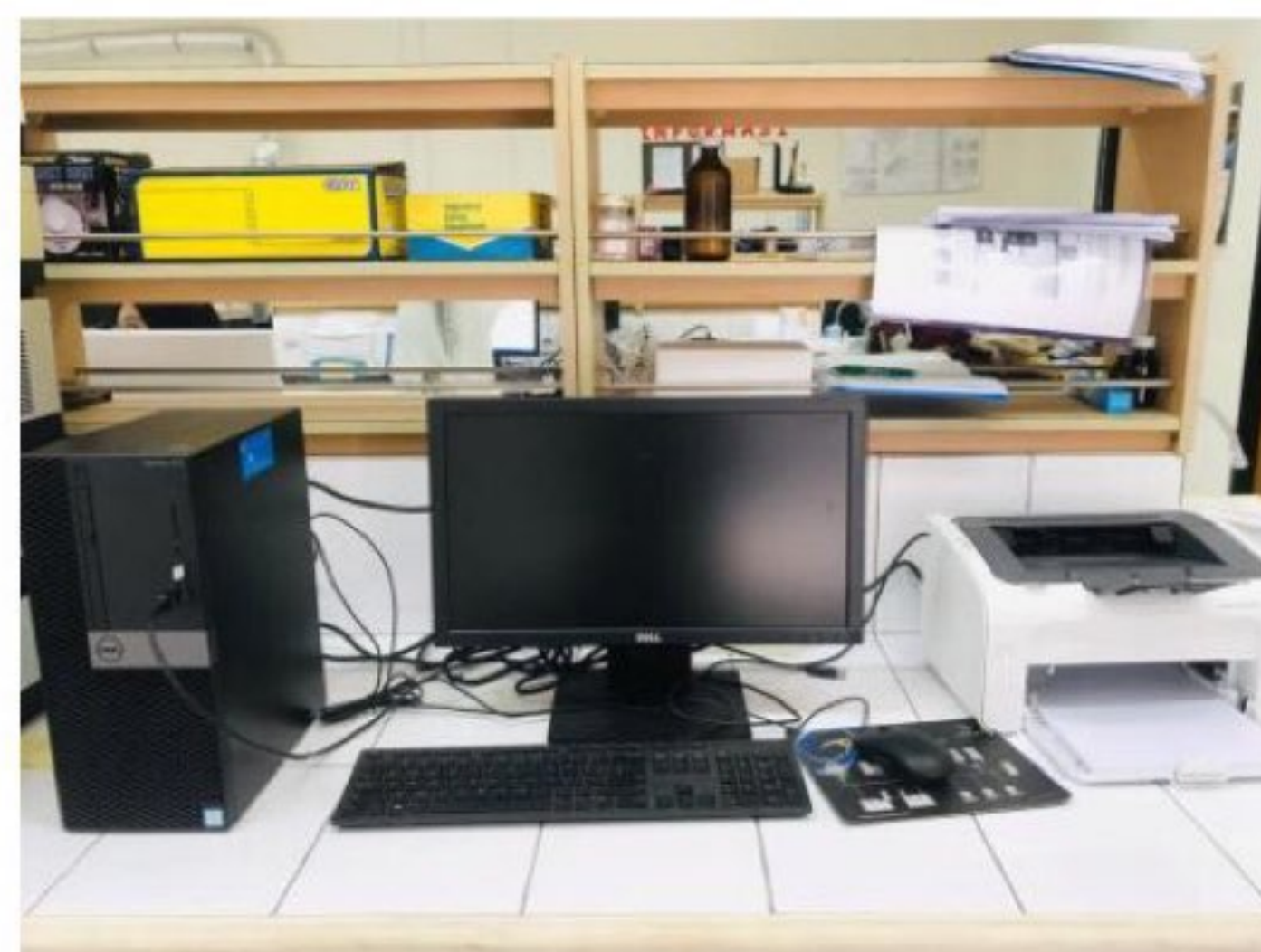


Gambar 9. Parameter Uji warna Sakarin
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 6. Gambar alat HPLC Ultimate 3000



Gambar 10. Detector
(sumber: Dokumentasi Pribadi)



Gambar 11. Recorder/ Penginput data
(sumber: Dokumentasi Pribadi)



Gambar 12. Fase Gerak Pelarut
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 7. Pengenceran sampel



Gambar 13. Sampel diencerkan
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 8. Baku Pembanding Sakarin



Gambar 14. Baku pembanding Sakarin
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 9. Baku Pembanding Siklamat



Gambar 15. Baku Pembanding Siklamat
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 10. Larutan Standar Sakarin



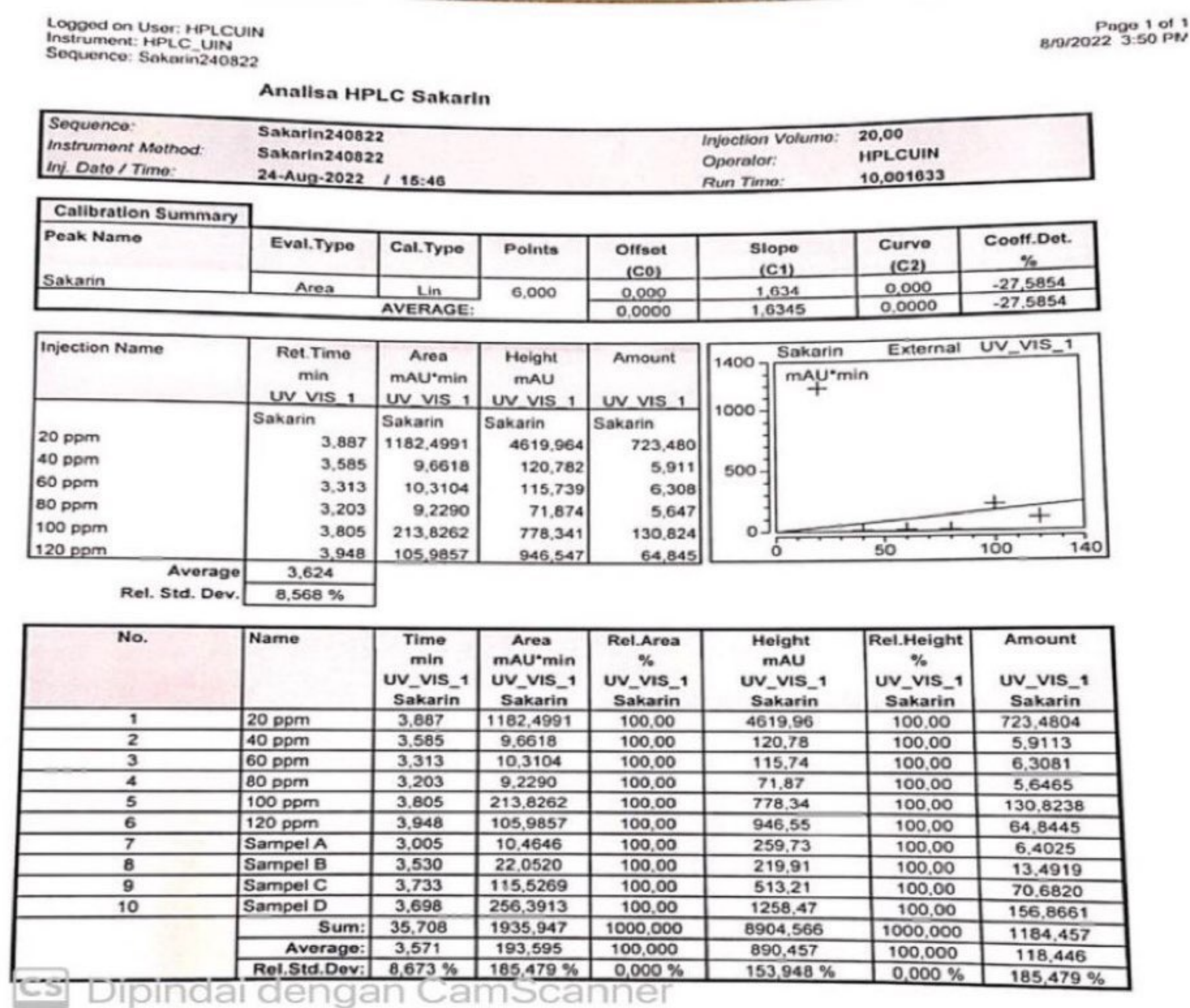
Gambar 16. Larutan Standar Sakarin
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 11. Larutan Standar Sakarin

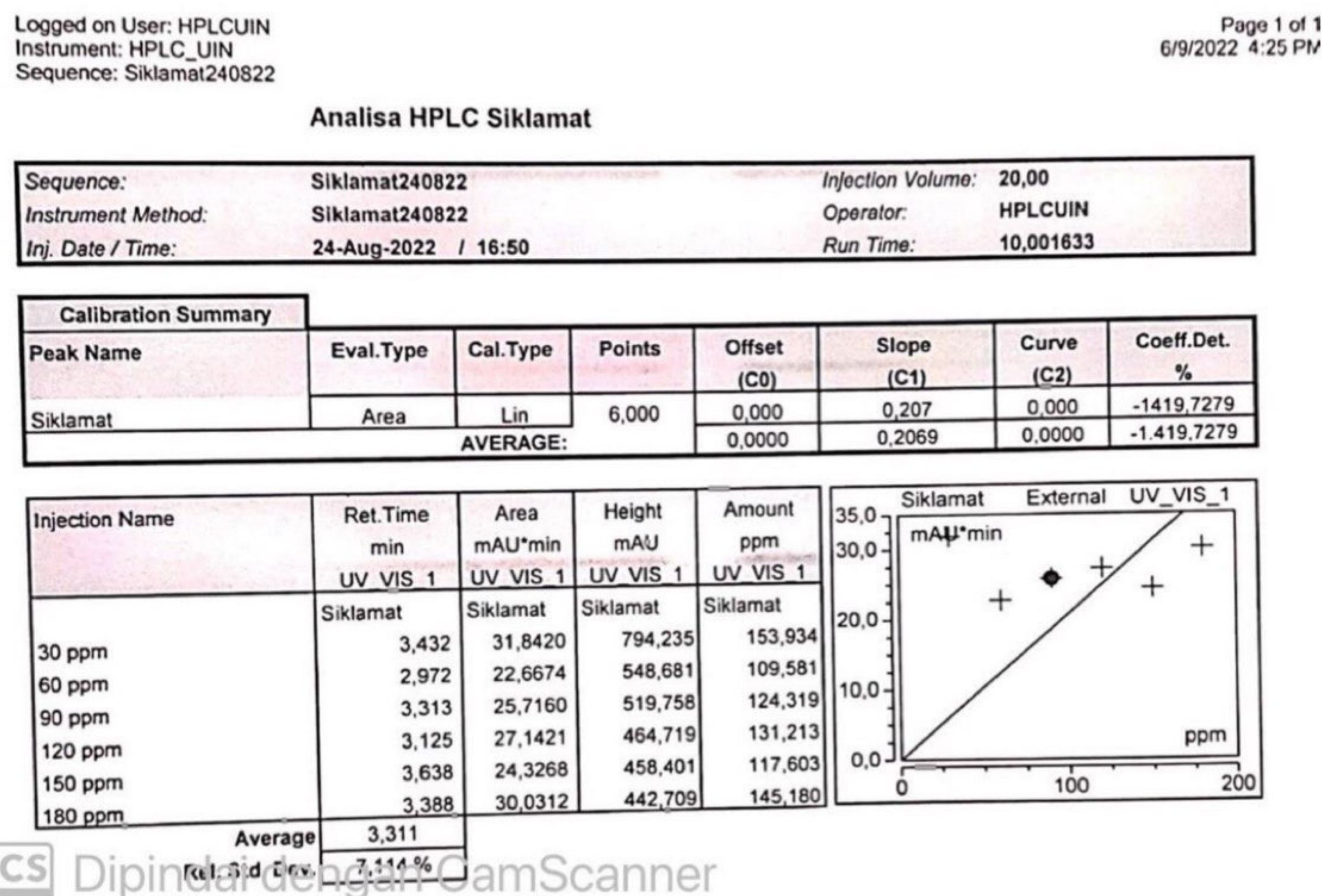


Gambar 17. Larutan Standar Sakarin
(sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 12. Hasil Data Analisa

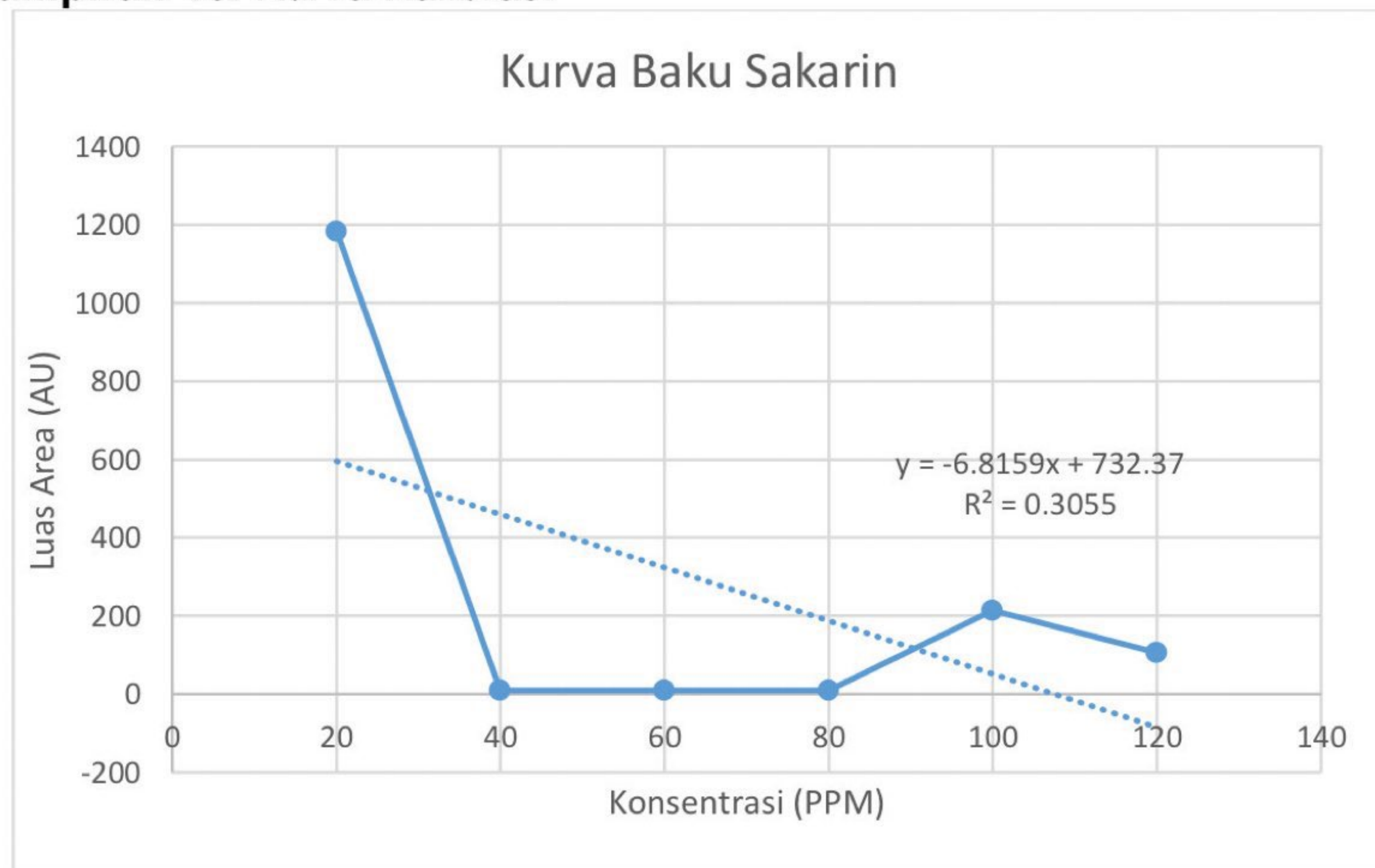


Gambar 18. Hasil Analisa Sampel Dan Larutan Standar Sakarin (sumber: Dokumentasi Pribadi)

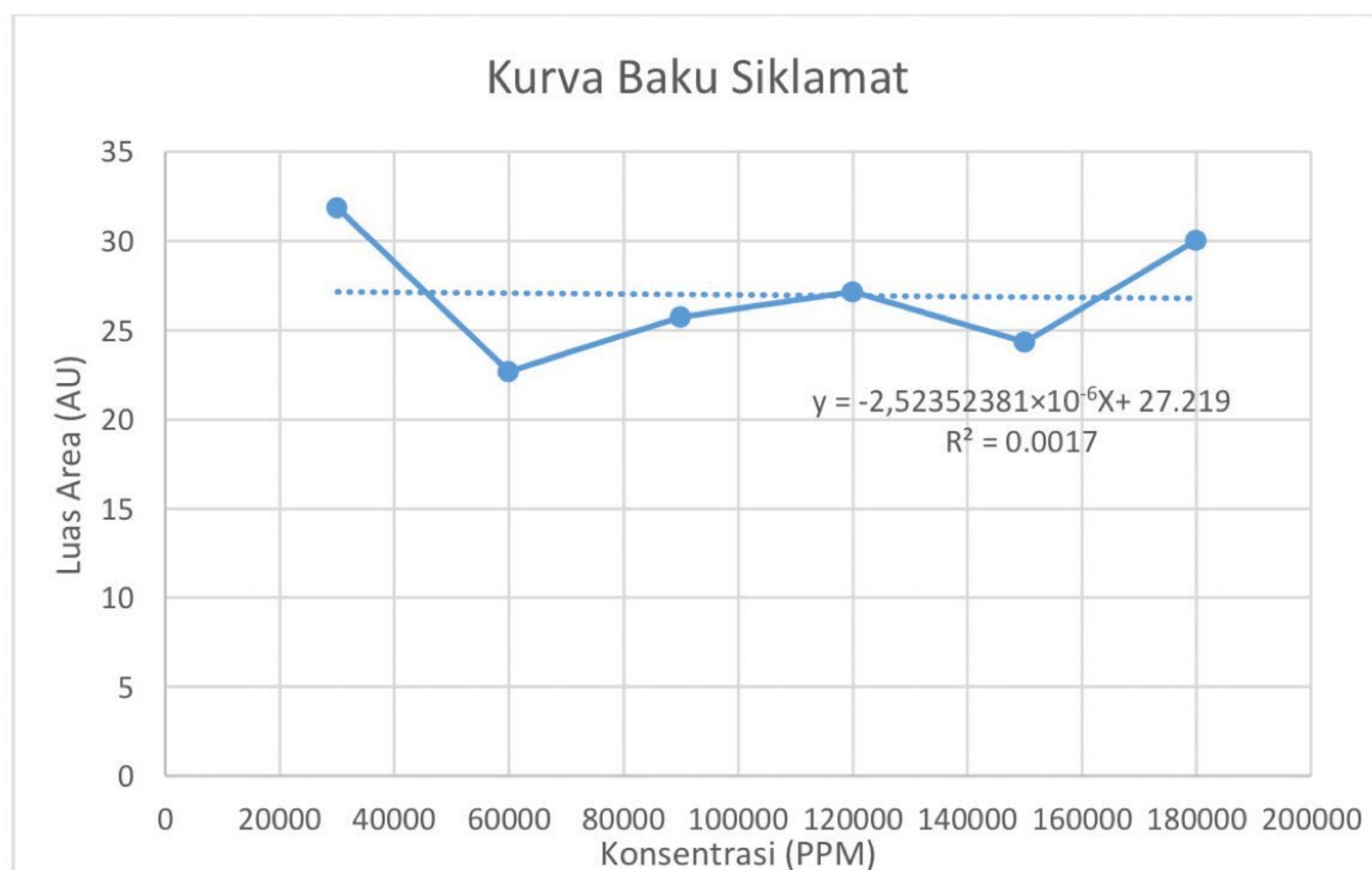


Gambar 19. Hasil Analisa Larutan Standar Siklamat (sumber: Dokumentasi Pribadi)

Lampiran 13. Kurva Kalibrasi



Gambar 20. Kurva baku Sakarin



Gambar 21. Kurva baku siklamat

Lampiran 14. Perhitungan Kadar Sakarin Dan Siklamat

1. Perhitungan kadar Sakarin
 - a. Perhitungan kadar sakarin sampel kode A

$$Y = -6,8159x + 732,37$$

$$10,4646 = -6,8159x + 732,37$$

$$X = \frac{10,4646 - 732,37}{-6,8159}$$

$$X = 108.985$$

Jadi kadar sampel kode A = 108.985 ppm

b. Perhitungan kadar sakarin sampel kode B

$$Y = -6,8159x + 732,37$$

$$22,0520 = -6,8159x + 732,37$$

$$X = \frac{22,0520 - 732,37}{-6,8159}$$

$$X = 110.685$$

Jadi kadar sampel kode B = 110.685 ppm

c. Perhitungan kadar sakarin sampel kode C

$$Y = -6,8159x + 732,37$$

$$115,5269 = -6,8159x + 732,37$$

$$X = \frac{115,5269 - 732,37}{-6,8159}$$

$$X = 130.268$$

Jadi kadar sampel kode C = 130.268 ppm

d. Perhitungan kadar sakarin sampel kode D

$$Y = -6,8159x + 732,37$$

$$256,3913 = -6,8159x + 732,37$$

$$X = \frac{256,3913 - 732,37}{-6,8159}$$

$$X = 145.066$$

Jadi kadar sampel kode D = 145.066 ppm

2. Perhitungan kadar siklamat

a. Perhitungan kadar siklamat sampel kode A

$$Y = -2,52352381 \times 10^{-6}X + 27.219$$

$$10,4646 = -2,52352381 \times 10^{-6}X + 27.219$$

$$X = \frac{10,4646 - 27.219}{-2,52352381 \times 10^{-6}}$$

$$X = 0.066392875$$

Jadi kadar sampel kode A = 0.066392875 ppm

b. Perhitungan kadar siklamat sampel kode B

$$Y = -2,52352381 \times 10^{-6}X + 27.219$$

$$22,0520 = -2,52352381 \times 10^{-6}X + 27.219$$

$$X = \frac{22,0520 - 27.219}{-2,52352381 \times 10^{-6}}$$

$$X = 0.020474941$$

Jadi kadar sampel kode B = 0.020474941 ppm

c. Perhitungan kadar siklamat sampel kode C

$$Y = -2,52352381 \times 10^{-6}X + 27.219$$

$$115,5269 = -2,52352381 \times 10^{-6}X + 27.219$$

$$X = \frac{115,5269 - 27.219}{-2,52352381 \times 10^{-6}}$$

$$X = -0.34993884$$

Jadi kadar sampel kode C = -0.34993884

d. Perhitungan kadar siklamat sampel kode D

$$Y = -2,52352381 \times 10^{-6} X + 27.219$$

$$256,3913 = -2,52352381 \times 10^{-6} X + 27.219$$

$$X = \frac{256,3913 - 27.219}{-2,52352381 \times 10^{-6}}$$

$$X = -0.908144$$

Jadi kadar sampel kode D = -0.908144 ppm