

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian telah dilakukan dari bulan Januari 2019 s/d Agustus 2019 di Laboratorium Farmasi Universitas Buana Perjuangan Karawang dan Badan Besar Industri Agro (BBIA).

3.2 Alat dan Bahan

1. Alat

Alat yang digunakan untuk : Batang pengaduk, beaker glass (pyrex), buret (pyrex), corong, corong pisah (pyrex), Erlenmeyer (pyrex), gelas ukur (pyrex), kertas saring, kertas perkamen, penangas air, pipet volume, pipet tetes, statif dan klem, instrumen kromatografi cair kinerja tinggi (Sil-10Ad vp merk shimadzu), labu ukur (pyrex), botol semprot, kertas tissue, neraca analitik (Adam PW254), kolom C18, sonicator (Power sonic 510).

2. Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain : Sampel minuman berenergi, etanol 70%, etanol 95%, aquadest, larutan NaOH, Kalium Hidrogen Phtalat 0,1 N, phenolptalein 1%.

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Alkalimetri

Metode analisis kadar aspartam menggunakan metode alkalimetri (Fatimah, 2015).

1. Pembuatan larutan NaOH volume 100 ml.
 - a) Ditimbang 0,4 gram NaOH
 - b) Dilarutkan kedalam 100 ml aquadest dalam labu ukur hingga batas tera.
 - c) Dihomogenkan, dan dimasukkan kedalam botol reagen.

2. Pembuatan larutan Kalium Hidrogen Phtalat 0,1 N
Ditimbang 2,0423 gram KHP 0,1 N kemudian dilarutkan dengan aquadest sedikit demi sedikit kedalam labu ukur 100 ml hingga batas tera.
3. Pembuatan indikator phenolptalein.
1 gram PP dilarutkan dalam 100 mL etanol 70%.
4. Standarisasi Larutan NaOH 0,1 N dengan KHP 0,1 N
 - a) Dipipet 10 ml larutan KHP 0,1 N kemudian di tuang ke dalam labu ukur hingga batas tera.
 - b) Ditambahkan 40 ml aquadest ke dalam labu erlenmeyer
 - c) Diteteskan PP 1 % sebanyak 3 tetes kemudian dicampur
 - d) Dititrasi dengan larutan NaOH sampai terbentuk warna rose (merah muda) tipis.
 - e) Mencari normalitas NaOH dari titrasi menggunakan rumus $V_1 \cdot N_1 = V_2 \cdot N_2$
5. Melakukan penetapan kadar sakarin dengan metode titrasi asam basa/alkalimetri pada sampel.
 - a) Ditimbang 50 mg sampel, kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah
 - b) Ditambahkan 2 ml HCl encer
 - c) Selanjutnya diekstraksi 5 kali dengan tahapan 30 ml, 20 ml, 20 ml, 20 ml, 20 ml menggunakan campuran kloroform dan etanol 95% dengan perbandingan 9:1, ekstrak disaring menggunakan kertas saring.
 - d) Filtrat dikumpulkan kemudian diuapkan
 - e) Residu dilarutkan dengan 70 ml air panas lalu didinginkan dan dititrasi dengan natrium hidroksida 0,1070 N menggunakan indikator fenolftalein 1% sampai terjadi perubahan warna menjadi rose.

3.3.2 Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

1. Pembuatan Larutan Standar Pemanis Sintetis Aspartam

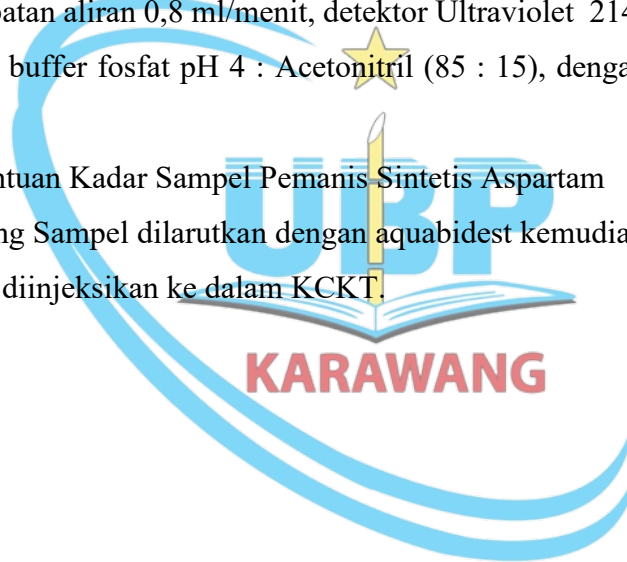
Membuat larutan standar aspartam 1000 ppm yaitu dengan cara menimbang 100 mg aspartam kemudian dilarutkan dan diencerkan dalam labu takar 100 ml dengan menggunakan aquabidest sampai tanda batas. Dari larutan induk 1000 ppm dibuat lagi larutan standar 100 ppm. Dari larutan tersebut dibuat konsentrasi 0,1 ppm, 0,5ppm, 1ppm, 5ppm, 10ppm kemudian dilarutkan dan diencerkan dalam labu takar 10 ml dengan menggunakan aquabidest sampai tanda batas.

2. Pengkondisian Alat untuk Pemanis Sintetis yaitu Aspartam

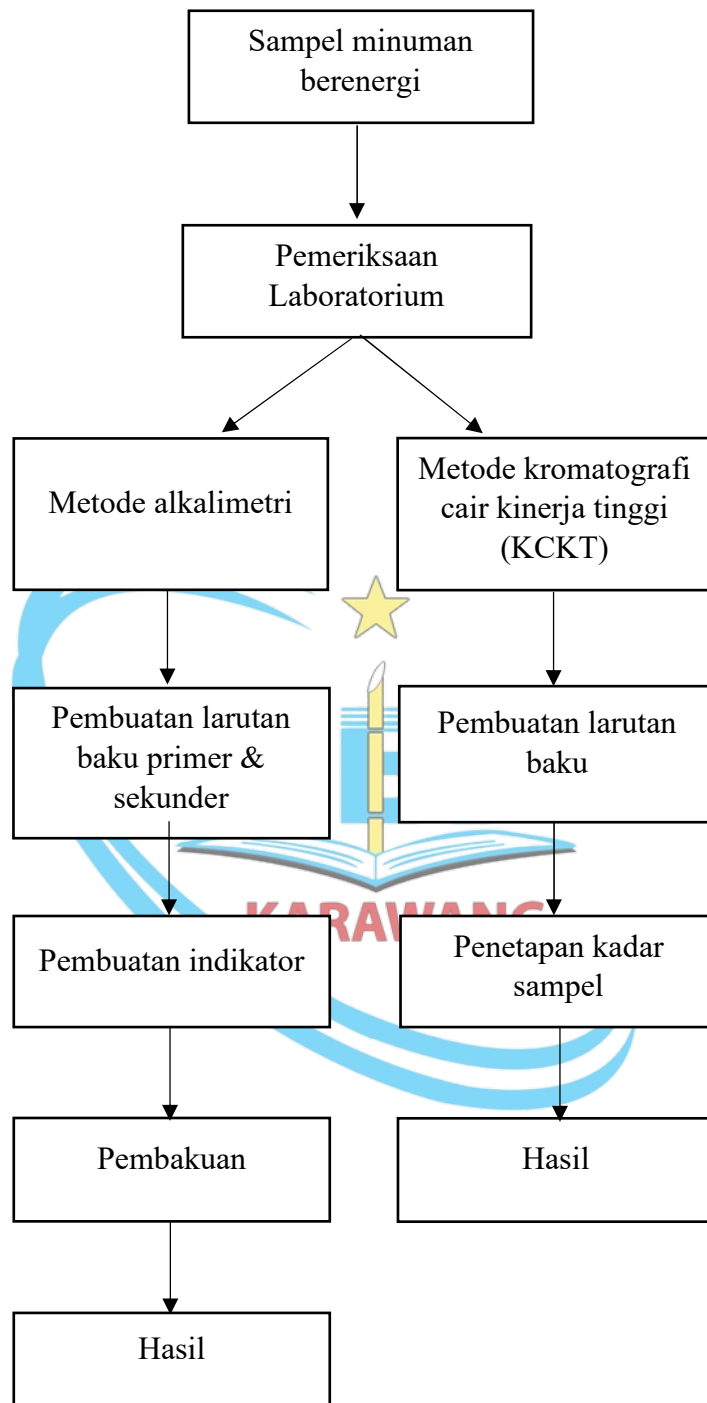
Kondisi optimum KCKT pada percobaan ini adalah sebagai berikut : kecepatan aliran 0,8 ml/menit, detektor Ultraviolet 214 nm, komposisi fase gerak buffer fosfat pH 4 : Acetonitril (85 : 15), dengan volume injeksi 20 µl.

3. Penentuan Kadar Sampel Pemanis Sintetis Aspartam

100 mg Sampel dilarutkan dengan aquabidest kemudian disaring kemudian 20 µl diinjeksikan ke dalam KCKT.



3.5 Kerangka Konsep



Gambar 3.1 Kerangka Konsep