BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini telah dilaksanakan di Laboratorium Kimia Farmasi Universitas Buana Perjuangan Karawang dan Laboratorium Pengujian dan kalibrasi Balai Besar Industri Argo (BBIA) Bogor dari bulan Desember 2018 sampai dengan bulan Mei 2019.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Instrumen Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) Sil-10Ad Vp merk Shimadzu, ultrasonic cleaner merk powersonic 510, timbangan analitik Pw 254 merk Adam, klem penjepit, statif, buret, pipet volume (2mL, 5mL, 10mL dan 20mL), pipet tetes, bola penghisap, spatula logam, kertas perkamen, botol semprot, kertas tissue, kertas saring dan peralatan gelas.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi Sampel yaitu dua minuman berenergi dari kota Surabaya, Aspartam murni dari BPOM dengan no b0216366, aquadest, kalium hidrogen phtalat, NaOH, Phenolptalein, etanol 70%, aquabidest, acetonitril

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Metode Alkalimetri

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

1. Pembuatan larutan baku primer

- 2,0423 gram Kalium Hidrogen Phtalat dilarutkan dengan aquades pada labu ukur 100 ml.

2. Pembuatan larutan baku sekunder
0,4 gram NaOH dilarutkan dengan aquadest pada labu ukur 100ml dan dihomogenkan.
3. Pembuatan indikator phenolptalein
1 gram PP dilarutkan dalam 100 mL etanol 70%
4. Pembakuan
10 ml larutan Kalium Hidrogen Phtalat 0,1 N di pipet ke dalam labu erlenmeyer. Ditambahkan 40 ml aquades. Diteteskan indikator PP 1 % sebanyak 3 tetes kemudian dicampur lalu kemudian dititrasi dengan larutan NaOH sampai terbentuk warna rose (merah muda) tipis.
5. Penetapan sampel
 - a. Pipet 10mL sampel di masukan kedalam erlenmeyer, tambahkan 1-2 tetes indikator.
 - b. Titrasi larutan sampel dengan NaOH, sampai terjadi perubahan warna menjadi rose/merah muda dan catat volume NaOH yang dikeluarkan.

3.3.2 Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

Metode analisis kadar aspartam menggunakan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (Dali, 2013)

1. Sampling minuman berenergi
Sampel yang dipilih sebanyak 2 minuman berenergi yang mengandung pemanis buatan aspartam.
2. Pembuatan larutan Baku
Membuat larutan baku aspartam 1000 ppm yaitu dengan cara:
 - a. Menimbang 0,1 gram aspartam kemudian dilarutkan dalam labu ukur 50 ml dengan menggunakan aquabidest sampai tanda batas.
 - b. Dari larutan induk 1000 ppm dibuat lagi larutan standar 100 ppm dengan mempipet sebanyak 2,5 ml kemudian dilarutkan dan diencerkan dalam labu ukur 25 ml dengan menggunakan aquabidest sampai tanda batas.
 - c. Setelah itu, dari larutan tersebut dipipet sebanyak 0,1 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm, 5 ppm, 10 ppm kemudian dilarutkan dan diencerkan dalam labu ukur 10 ml dengan menggunakan aquabidest sampai tanda batas.

3. Pembuatan larutan Uji

Membuat larutan Uji (sampel) 1000 ppm yaitu dengan cara:

- a. Menimbang 0,1 gram sampel kemudian dilarutkan dalam labu ukur 50 ml dengan menggunakan aquabidest sampai tanda batas.
- b. Dari larutan induk sampel 1000 ppm dibuat lagi larutan uji 100 ppm dengan memipet sebanyak 2,5 ml kemudian dilarutkan dan diencerkan dalam labu ukur 25 ml dengan menggunakan aquabidest sampai tanda batas.
- c. Setelah itu, dari larutan tersebut dipipet sebanyak 0,1 ppm, 0,5ppm, 1 ppm,5 ppm, 10 ppm kemudian dilarutkan dan diencerkan dalam labu ukur 10 ml dengan menggunakan aquabidest sampai tanda batas.

4. Penetapan kadar

Larutan sampel A dan B sebanyak 20 μ l masing-masing di injeksikan secara terpisah, selanjutnya dilakukan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.

3.4 Diagram Alir Penelitian