

**OPTIMASI ANALISIS KADAR ASPARTAM DALAM MINUMAN RINGAN
DENGAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI**

Skripsi

Untuk memenuhi sebagai persyaratan mencapai derajat Sarjana S-1



Oleh :

Ghassani Alifah

13630041

Kepada

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI

UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUNAN KALIJAGA YOGYAKARTA

2018



SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Hal : Persetujuan Tugas Akhir/Skripsi

Lamp :-

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
di Yogyakarta

Assalamu'alaikum wr. wb.

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami selaku pembimbing berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Ghassani Alifah

NIM : 13630041

Judul Skripsi : Optimasi Analisis Kadar Aspartam dalam Minuman Ringan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

sudah dapat diajukan kembali kepada Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam Kimia

Dengan ini kami mengharap agar skripsi/tugas akhir Saudara tersebut di atas dapat segera dimunaqsyahkan. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu'alaikum wr. wb.

Yogyakarta, 14 Agustus 2018

Pembimbing

Dr. Imelda Fajriati, M. Si.
NIP. 19750725 200003 2 001



NOTA DINAS KONSULTAN

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
di Yogyakarta

Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk, dan mengoreksi serta mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Ghassani Alifah

NIM : 13630041

Judul Skripsi : Optimasi Analisis Kadar Aspartam dalam Minuman Ringan
dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, 21 Agustus 2018

Konsultan,

Dr.Maya Rahmayanti, S.Si.M.Si

NIP. 19810627 200604 2 003



Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga



FM-UINSK-BM-05-03/RO

NOTA DINAS KONSULTAN

Hal : Persetujuan Skripsi/Tugas Akhir

Kepada

Yth. Dekan Fakultas Sains dan Teknologi
UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta
di Yogyakarta

Assalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Setelah membaca, meneliti, memberikan petunjuk, dan mengoreksi serta
mengadakan perbaikan seperlunya, maka kami berpendapat bahwa skripsi Saudara:

Nama : Ghassani Alifah

NIM : 13630041

Judul Skripsi : Optimasi Analisis Kadar Aspartam dalam Minuman Ringan
dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

sudah benar dan sesuai ketentuan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Strata Satu dalam bidang Kimia.

Demikian kami sampaikan. Atas perhatiannya, kami ucapkan terima kasih.

Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, 21 Agustus 2018

Konsultan,


Khamidinal, S.Si., M.Si.

NIP. 19691104 200003 1 002



Universitas Islam Negeri Sunan Kalijaga

FM-UINSK-BM-05-07/R0

PENGESAHAN SKRIPSI/TUGAS AKHIR

Nomor : B.1184/Un.02/DST/PP.05.3/ /2018

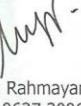
Skripsi/Tugas Akhir dengan judul : Optimasi Analisis Kadar Aspartam Dalam Minuman Ringan Dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

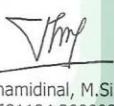
Yang dipersiapkan dan disusun oleh
Nama : Ghassani Alifah
NIM : 13630041
Telah dimunaqasyahkan pada : 16 Agustus 2018
Nilai Munaqasyah : A
Dan dinyatakan telah diterima oleh Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga

TIM MUNAQASYAH :

Ketua Sidang

Dr. Imelda Fajriati, M.Si.
NIP.19750725 200003 2 001

Pengaji I

Dr. Maya Rahmayanti, M.Si.
NIP. 19810627 200604 2 003

Pengaji II

Khamidinal, M.Si.
NIP. 19691104 200003 1 002

Yogyakarta, 21 Agustus 2018

UIN Sunan Kalijaga

Fakultas Sains dan Teknologi

Dekan

Murtono, M.Si.
NIP. 19691212 200003 1 001



SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Saya yang bertanda tangan dibawah ini :

Nama : Ghassani Alifah
NIM : 13630041
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi

Menyatakan bahwa skripsi saya yang berjudul "**Optimasi Analisis Kadar Aspartam Dalam Minuman Ringan Dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi**" , merupakan hasil penelitian saya sendiri, tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang sepengetahuan saya tidak terdapat karya ataupun pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Yogyakarta, 23 Agustus 2018



Ghassani Alifah
NIM. 13630041

HALAMAN MOTTO

“Dan sesungguhnya, sesudah kesulitan itu ada kemudahan apabila kamu bersungguh-sungguh” (Qs. Al-Insyiroh:7-9)

“....Barangsiapa yang bertaqwa kepada Allah niscaya Dia akan mengadakan baginya jalan keluar. Dan memberinya rezeki dari arah yang tidak disangka-sangka. Dan barangsiapa yang bertawaqal kepada Allah niscaya Allah akan mencukupkan keperluannya...” (QS.Ath-Thalaaq:2-3)

“Bersabarlah, nikmati setiap proses yang ada. Hasil yang diharapkan akan datang dengan sendirinya”

HALAMAN PERSEMBAHAN

Dengan Mengucap Syukur atas Kehadirat Allah S.W.T

Kudedikasikan karya ini untuk:

Ayah, Ibu, dan ketiga Adikku tercinta

Keluarga terkasih

Keluarga besar Muhammadiyah, terutama ortom Nasyiatul Aisyiyah

Sahabat-sahabatku yang setia

Serta almamater kebangganku Progam Studi Kimia UIN Sunan Kalijaga



KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, hidayah dan inayahNya, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Optimasi Analisis Kadar Aspartam dalam Minuman Ringan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi”. Skripsi ini ditulis dengan tujuan untuk memenuhi persyaratan mencapai derajat Sarjana Kimia.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah memberikan dukungan, semangat, dan ide-ide kreatif sehingga tahap demi tahap penyusunan skripsi ini telah terselesaikan . Ucapan terima kasih tersebut secara khusus penyusun sampaikan kepada :

1. Dr. Murtono, M.Sc selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta.
2. Dr. Susy Yunita Prabawati, M.Si., selaku Ketua Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga yang telah memberikan motivasi dan pengarahan selama studi.
3. Dr. Imelda Fajriati, M.Si., selaku Pembimbing Skripsi yang dengan ikhlas dan sabar meluangkan waktu untuk membimbing, mengarahkan, dan memberikan motivasi dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini. Terimakasih atas segala bimbingan, arahan dan waktu yang telah diluangkan dalam membimbing saya sehingga penulis dapat menyelesaikan karya ini. Semoga Allah selalu memberi rahmat dan barakah kepada Ibu. Aamiin.

4. Irwan Nugraha, M.Sc., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang selalu memberikan arahan dan motivasi.
5. Segenap Dosen Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membagi ilmu yang sangat bermanfaat.
6. Indra Nafiyanto, S.Si., Wijayanto, S.Si., dan Isni Gustanti, S.Si., serta seluruh staf karyawan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Kalijaga Yogyakarta yang telah membantu dan memberikan dorongan sehingga penelitian dan penyusunan skripsi ini dapat berjalan dengan lancar.
7. Ayah, Ibu, Ami, Alaf, dan Difan tersayang yang selalu memberikan dukungan baik moril moral serta doa yang selalu mengiringi langkah saya, juga telah menjadi motivasi terbesar, penyemangat terhebat dalam hidup saya sehingga penulis mampu menyelesaikan karya ini.
8. Echy, Arin, Rillia, Ipeh, Sabrin, Tika, Mbak Diyah, Risda sahabat terbaik yang telah bersama dan mengajarkan banyak hal tentang hidup, selalu menumbuhkan rasa kepercayaan diri serta harapan untuk esok, lusa dan seterusnya, penulis bersyukur menjadi bagian dari cerita dalam hidup kalian.
9. Juwayriyah, Tyas, Widya, Rika, Beta dan teman-teman kimia angkatan 2013 serta teman-teman selama di Laboratorium Penelitian Kimia UIN Sunan Kalijaga.
10. Semua pihak yang telah membantu penulis dalam penelitian maupun penulisan skripsi ini yang tidak mungkin penulis sebutkan satu persatu.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih jauh dari kata sempurna, sehingga kritik dan saran yang membangun sangat diharapkan. Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan secara umum dan kimia khususnya.



Yogyakarta, 1 Agustus 2018

Penulis

DAFTAR ISI

SURAT PERSETUJUAN SKRIPSI	ii
NOTA DINAS KONSULTAN	iii
PENGESAHAN TUGAS AKHIR	v
SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI	vi
MOTTO	vii
HALAMAN PERSEMBAHAN	viii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI.....	xii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
ABSTRAK.....	xviii
BAB I. PENDAHULUAN	
A. Latar belakang	1
B. Batasan Masalah	5
C. Rumusan Masalah	5
D. Tujuan Penelitian.....	5
E. Manfaat Penelitian.....	7
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA DAN LANDASAN TEORI	
A. Tinjauan Pustaka	8
B. Landasan Teori	10
1. Bahan Tambahan Pangan	10
2. Pemanis Buatan	11
3. Aspartam.....	12
4. KCKT	13

5. Validasi Metode KCKT	22
a. Akurasi.....	23
b. Presisi.....	24
c. Spesifitas.....	25
6. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif.....	25
BAB III. METODE PENELITIAN	
A. Waktu dan Tempat Penelitian	26
B. Alat-Alat Penelitian	26
C. Bahan Penelitian.....	26
D. Cara Kerja Penelitian.....	26
1. Penentuan Panjang Gelombang Maksimum Aspartam	27
2. Prosedur Penyiapan KCKT	27
3. Penentuan Kondisi Optimum Fase Gerak	27
4. Penentuan pH.....	28
5. Laju Alir	28
6. Validasi Metode.....	28
a. Linieritas.....	28
b. Akurasi.....	29
c. Presisi.....	29
7. Penentuan Kadar Sampel Aspartam	29
BAB IV. HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
A. Penentuan Panjang Gelombang	31
B. Optimasi Fase Gerak	32
1. Fase Gerak Asetonitril : Asam Asetat	33
2. Fase Gerak Metanol : Asam Asetat	37
C. Hasil Optimasi	42
D. Variasi pH.....	44
E. Variasi Laju Alir.....	48

F. Validasi Metode	51
1. Linieritas	51
2. Akurasi.....	53
3. Presisi.....	54
G. Penetapan Kadar Aspartam	55
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	
A. Kesimpulan.....	60
B. Saran.....	60
DAFTAR PUSTAKA	61
LAMPIRAN-LAMPIRAN.....	63



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Struktur Aspartam	13
Gambar 2.2 Skema Alat KCKT	16
Gambar 4.1 Panjang Gelombang Maksimum Aspartam.....	31
Gambar 4.2 Kromatogram Asetonitril:Asam asetat (25:75)	37
Gambar 4.3 Kromatogram Metanol:Asam asetat (65:35)	41
Gambar 4.4 Reaksi Ionisasi Aspartam	45
Gambar 4.5 Proses Degradasi	46
Gambar 4.6 Kromatogram Fase Gerak Metanol:Asam Asetat pH 4 laju alir 0,5 mL/menit.....	48
Gambar 4.7 Kromatogram Fase Gerak Metanol:Asam asetat pH 4 laju alir 0,8 mL/menit	49
Gambar 4.8 Kromatogram Fase Gerak Metanol:Asam asetat pH 4 laju alir 1 mL/menit.....	49
Gambar 4.9 Kromatogram Fase Gerak Metanol:asam asetat pH 7 laju alir 1,2 mL/menit.....	50
Gambar 4.10 Kurva baku larutan standar aspartam	52

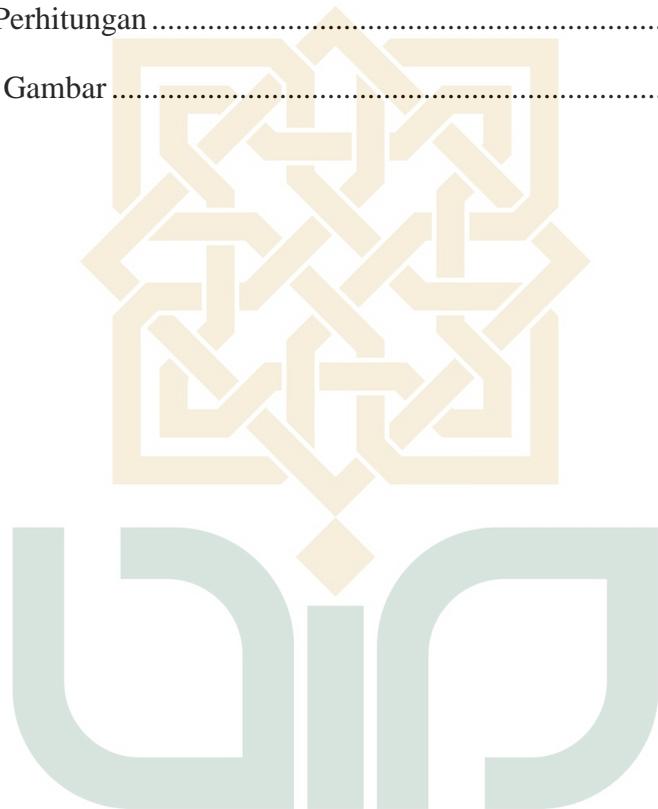
DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Deret Eluotropik Pelarut untuk KCKT	20
Tabel 2.2 Kriteria Akurasi.....	23
Tabel 4.1 Parameter Optimasi Fase Gerak Asetonitril:Asam asetat	34
Tabel 4.2 Parameter Optimasi Fase Gerak Metanol:Asam Asetat.....	38
Tabel 4.3 Parameter perbandingan fase gerak Asetonitril:Asam asetat (25:75) dan metanol:asam asetat (65:35).....	43
Tabel 4.4 Variasi pH fase gerak Metanol:Asam asetat (65:35)	47
Tabel 4.5 Optimasi Laju Alir Fase Gerak Metanol:Asam Asetat (65:35)	50
Tabel 4.6 Hasil Akurasi Larutan Standar Aspartam	53
Tabel 4.7 Hasil Presisi Larutan Standar Aspartam	54
Tabel 4.8 Hasil Analisis Kadar Sampel A	56
Tabel 4.9 Hasil Analisis Kadar Sampel B.....	56
Tabel 4.10 Hasil Analisis Kadar Sampel C.....	56



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran I. Hasil Optimasi Fase Gerak Asetonitril : Asam Asetat	62
Lampiran II. Hasil Optimasi Fase Gerak Metanol : Asam Asetat	64
Lampiran III. Hasil Laju Alir Metanol : Asam Asetat	66
Lampiran IV. Hasil Optimasi pH Fase Gerak Metanol : Asam Asetat	68
Lampiran V. Perhitungan	70
Lampiran VI. Gambar	75



ABSTRAK

OPTIMASI ANALISIS KADAR ASPARTAM DALAM MINUMAN RINGAN DENGAN KROMATOGRAFI CAIR KINERJA TINGGI

Oleh :

**Ghassani Alifah
NIM 13630041**

**Pembimbing
Dr. Imelda Fajriati, M. Si.**

Penelitian tentang optimasi analisis kadar aspartam dalam minuman ringan dengan kromatografi cair kinerja tinggi bertujuan untuk mengetahui kondisi optimum dari penentuan aspartam secara kromatografi cair kinerja tinggi yang meliputi, variasi fase gerak, komposisi fase gerak, pH, kecepatan laju alir, parameter kromatografi, validasi metode serta kadar aspartam dalam sampel minuman ringan.

Kromatografi cair kinerja tinggi yang digunakan adalah fase terbalik menggunakan detektor UV dengan panjang gelombang 214 nm. Kolom yang digunakan adalah LiChrosper 100-RP 18 dengan panjang kolom 250 x 4,0 mm. Variasi fase gerak yang digunakan adalah metanol:asam asetat dengan komposisi 40:60, 50:50, 60:40, dan 65:35 (v/v) dan asetonitril:asam asetat 10:90, 15:85, 20:80, dan 25:75 (v/v).

Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum di dapatkan fase gerak metanol:asam asetat pH 4 (65:35 v/v) dengan laju alir sebesar 0,8 mL/menit. Fase gerak metanol:asam asetat (65:35 v/v) menghasilkan nilai resolusi, nilai efisiensi dan HETP berturut-turut sebesar 1,229; 2332,461; dan 107,183. Hasil penelitian menunjukkan metode analisis memiliki linieritas sebesar 0,9992. Hasil akurasi berturut-turut untuk level sedang, rendah dan tinggi adalah 118,2%, 95,4%, dan 101,3%. Presisi terbaik yang dihasilkan sebesar 0,75%. Kadar yang dihasilkan dari 3 sampel minuman ringan yaitu sampel A,B dan C dengan kadar berturu-turut sebesar 110,75; 80,46; dan 110,81 mg/kg. Ketiga kadar tersebut tidak melebihi ambang batas yang ditentukan yaitu 0-40 mg/kg.

Kata kunci : *Aspartam, KCKT, Minuman ringan, Pemanis buatan*

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Kecenderungan saat ini tingkat konsumsi masyarakat terhadap makanan dan minuman instan semakin meningkat. Berbagai pelaku industri makanan dan minuman berlomba-lomba mengeluarkan inovasi makanan dan minuman untuk menarik minat konsumen. Salah satu cara agar menarik konsumen adalah dengan menambahkan bahan tambahan pangan. Peraturan pemerintah nomor 28 tahun 2004 tentang keamanan, mutu, dan gizi pangan pada bab I pasal I menyebutkan, yang dimaksud dengan bahan tambahan pangan adalah bahan yang ditambahkan ke dalam makanan untuk mempengaruhi sifat atau bentuk atau produk makanan.

Bahan tambahan pangan dapat berupa pengawet, pemanis, penguat rasa, pengental, dan lain sebagainya. Selain dinilai dapat meningkatkan kualitas, bahan tambahan pangan juga dinilai relatif murah dan terjangkau. Adapun tujuan penambahan BTP secara umum adalah meningkatkan nilai gizi makanan, memperbaiki nilai estetika dan sensori makanan, serta memperpanjang umur simpan (*shelf life*) makanan (Cahyo, 2006)

Salah satu bahan tambahan pangan yang sering digunakan adalah pemanis. Pemanis merupakan senyawa kimia yang sering ditambahkan dan digunakan untuk keperluan produk olahan pangan, industri, dan minuman serta makanan kesehatan. Pemanis berfungsi untuk meningkatkan cita rasa dan aroma, memperbaiki sifat

fisik, sebagai pengawet, memperbaiki sifat-sifat kimia, mengembangkan jenis minuman dan makanan dengan jumlah kalori terkontrol dan sebagai bahan subsitusi pemanis utama (Sakidja, 1989).

Pemanis dikategorikan ke dalam dua yaitu pemanis buatan dan pemanis alami. Kecenderungan saat ini pemanis buatan banyak digunakan dalam produk olahan minuman. Hal ini disebabkan karena pemanis buatan memiliki tingkat kemanisan yang sama bahkan lebih dengan pemanis alami dan harganya yang relatif murah daripada zat gula namun tidak memiliki kandungan gizi. Penggunaan pemanis buatan yang berlebihan akan menimbulkan dampak toksik yang tidak baik pada kesehatan. Adapun dampak toksik yang disebabkan oleh pemanis buatan antara lain sakit kepala/migrain, mulut kering, mual, muntah, diare, dan kanker kandung kemih. Kini sudah banyak beredar pemanis buatan yang digunakan sebagai pengganti gula, seperti Aspartame, sakarin, sukrosa dan natrium siklamat.

Pemanis yang sering digunakan dalam industri makanan dan minuman salah satunya adalah aspartam. Aspartam merupakan pemanis sintetis yang dikenal dengan nama dagang *equal* dan nama kimia *aspartil fenilalanin* merupakan pemanis yang digunakan dalam produk-produk minuman ringan. Aspartam termasuk pemanis rendah kalori dan penggunannya sudah disetujui tetapi tetap harus memperhatikan kadar yang terkandung dalam suatu minuman. Aspartam mempunyai nilai kalori 17 kjoule/g, sebagaimana senyawa protein yang lain karena tingkat kemanisannya yang tinggi yaitu sekitar 160 sampai 200 kali lebih

manis dari gula pasir. Aspartam hanya digunakan sedikit sehingga dapat dikelompokkan sebagai pemanis “*non-nutrisi*” (Rohman, 2011).

Konsumsi aspartam dalam jumlah besar dapat memberikan efek negatif terhadap tubuh. Di dalam tubuh, aspartam akan termetabolisme menjadi fenilalanin, asam aspartat, dan metanol (Butchko, 2002). Beberapa penelitian menunjukkan bahwa penggunaan aspartam sebagai pemanis pada makanan dan minuman dapat memicu timbulnya beberapa penyakit seperti alzheimer, epilepsi, tumor otak, stroke, dan penyakit jantung. Namun demikian, pemakaian aspartam sebagai pemanis buatan masih diijinkan oleh FDA (Food and Drug Administration) dengan batas-batas pemakaian yang dianjurkan agar penggunaanya aman (Maisons and Alfort, 2002).

Penggunaan aspartam banyak digunakan di industri besar, salah satunya produk kemasan minuman, baik berupa minuman serbuk ataupun minuman kemasan siap saji. Contoh produk minuman siap saji yaitu seperti es teh, *nata de coco*, dan minuman sari buah. Peredaraan minuman siap saji banyak diminati oleh kalangan anak-anak, namun kecenderungan anak-anak tidak begitu memperhatikan bahaya yang ditimbulkan dari minuman yang mengandung aspartam.

Adanya analisis mengenai kadar aspartam yang terdapat dalam minuman ringan di pasaran perlu dilakukan, mengingat banyak jenis minuman yang tidak mencantumkan kadarnya. Salah satu metode penetapan kadar pada aspartam adalah dengan menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). Metode

KCKT dinilai efisien dalam menentukan kadar suatu senyawa, dimana adanya pemisahan yang baik antara senyawa satu dengan senyawa yang lainnya. Keuntungan yang diperoleh dengan menggunakan metode KCKT yaitu cepat, daya pisah yang baik, peka, kolom dapat dipakai kembali, ideal untuk molekul besar dan ion, mudah memperoleh kembali cuplikan (Johnson and Stevenson, 1998). Pemilihan analisis menggunakan instrumen KCKT dibandingkan dengan insrumen lain dikarenakan KCKT dapat bekerja dalam suhu kamar, dimana aspartam sangat bergantung pada suhu. Suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan senyawa dalam pemanis aspartam terdegradasi.

Penetapan kadar asparatam dengan menggunakan KCKT sudah pernah dilakukan oleh Dali, dkk. (2013) pada jajanan anak sekolah yang beredar di Makassar. Hasil menunjukkan bahwa 6 dari 7 sampel positif mengandung aspartam, tetapi masih dalam batas yang ditentukan. Fase gerak yang digunakan adalah dapar natrium dihidrogen fosfat (pH 2,6) dan asetonitril (82,5:17,5). laju alir 1,2 ml/menit. Penetapan kadar aspartam dengan KCKT juga sudah pernah di lakukan oleh Hayun, dkk. (2004), sampel yang digunakan adalah minuman bersoda. Hasil yang diperoleh satu dari lima sampel positif mengandung aspartam. Fase gerak asetonitril : buffer asetat pH 5 (5:95) dengan laju alir 1,0 ml/menit.

Berdasarkan penelitian yang sebelumnya dalam analisis kadar aspartam yang beredar, perlu adanya kaji ulang secara berkala dalam penentuan kadar aspartam yang beredar di wilayah Yogyakarta. Penelitian ini dilakukan guna mengetahui kadar aspartam yang terkandung pada minuman instan, apakah aspartam yang

terkandung melebihi ambang batas atau tidak, dengan mengadaptasi metode yang dilakukan oleh Dali (2013) dan Hayun, dkk (2004) melalui optimasi penentuan komposisi fasa gerak, pH dan kecepatan laju alir. Faktor pembeda antara penelitian terdahulu dan yang dilakukan saat ini terletak pada kolom yang digunakan yaitu LiChrosper 100 RP-18 dan fase gerak yang digunakan adalah campuran asetonitril:asam asetat dan metanol:asam asetat. Optimasi menggunakan kolom dan fase gerak tersebut belum dilakukan dalam penelitian sebelumnya.

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode KCKT fase terbalik, yang terlebih dahulu dilakukan optimasi perbandingan komposisi fase gerak, pH dan laju alir serta dilakukan uji validasi metode berupa linieritas, akurasi dan presisi. Komposisi fase gerak yang digunakan adalah asetonitril:asam asetat dan metanol:asam asetat. Sejauh penelusuran pustaka, penelitian tentang optimasi dan analisis kadar aspartam dengan menggunakan kolom LiChrosper 100 RP-18 dengan fase gerak asetonitril:asam asetat dan metanol:asam asetat belum pernah dilakukan, terutama dalam mengkaji penentuan optimasi dalam analisis pemanis aspartam pada sampel minuman gelas.

B. Batasan Masalah

Batasan masalah yang diambil dari kebanyakan ruang lingkup yang ada di dalam penelitian ini sebagai berikut :

1. Jenis kolom yang digunakan adalah LiChrosper 100 RP-18.
2. Sampel yang digunakan adalah minuman gelas kemasan yang banyak beredar di wilayah Yogyakarta dengan tiga jenis sampel minuman yaitu

sampel A minuman rasa stroberi, sampel B minuman rasa kelapa dan sampel C minuman rasa leci.

C. Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang diambil sebagai berikut :

1. Bagaimana optimasi elusi aspartam dengan menggunakan kolom LiChrosper 100 RP-18 variasi komposisi fase gerak (metanol:asam asetat dan asetonitril:asam asetat), pH dan kecepatan laju alir.
2. Bagaimana parameter hasil elusi yaitu menggunakan fase gerak metanol:asam asetat dalam kondisi optimum yang meliputi, waktu retensi, resolusi, efisiensi dan HETP.
3. Menentukan validasi metode yang meliputi linieritas, akurasi dan presisi. Berapa jumlah kadar aspartam dalam sampel, dengan jenis sampel meliputi, sampel A adalah minuman rasa stroberi, sampel B adalah minuman rasa kelapa dan sampel C adalah minuman rasa leci.

D. Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian :

1. Mempelajari optimasi elusi aspartam dengan menggunakan kolom LiChrosper 100 RP-18 variasi komposisi fase gerak (metanol:asam asetat dan asetonitril:asam asetat), pH dan kecepatan laju alir.
2. Mempelajari parameter hasil elusi yaitu menggunakan fase gerak metanol:asam asetat dalam kondisi optimum yang meliputi, waktu retensi, resolusi, efisiensi dan HETP.

3. Menentukan hasil dari validasi metode yang meliputi linieritas, akurasi dan presisi.
4. Menentukan jumlah kadar aspartam dalam sampel, dengan jenis sampel meliputi, sampel A adalah minuman rasa stroberi, sampel B adalah minuman rasa kelapa dan sampel C adalah minuman rasa leci.

E. Manfaat Penelitian

1. Bagi Mahasiswa

Menambah pengetahuan dan wawasan tentang analisis pemanis buatan aspartam secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi

2. Bagi Akademik

Sebagai bahan informasi dan referensi bagi mahasiswa yang akan mengembangkan metode analisis pemanis buatan aspartam dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.

3. Bagi Masyarakat

Memberikan informasi tentang analisis pemanis buatan aspartam dalam minuman ringan untuk mengetahui kadar kandungan aspartam di beberapa merek minuman ringan.

BAB V **KESIMPULAN DAN SARAN**

A. Kesimpulan

1. Kondisi optimum hasil optimasi metode penetapan kadar aspartam menggunakan kromatografi cair kinerja tinggi adalah menggunakan fase gerak metanol : asam asetat (65:35 v/v) pH optimum adalah 4 dan kecepatan laju alir sebesar 0,8 mL/menit dengan menggunakan kolom LiChrosper 100 RP-18.
2. Hasil parameter dari fase gerak metanol : asam asetat (65:35 v/v), memiliki nilai resolusi sebesar 1,229, 1,229 nilai efisiensi 2332.461 dan nilai HETP 107,183.
3. Validasi metode dari fase gerak metanol : asam asetat (65:35 v/v) memiliki hasil yang baik, dengan nilai linearitas sebesar 0,9992. Akurasi dengan level rendah, sedang dan tinggi masing-masing adalag 118,2%, 95,4%, dan 101,3%. Presisi terbaik yang dihasilkan adalah 0,75%.
4. Kadar sampel A adalah minuman rasa stroberi sebesar 110,75 ppm, kadar sampel B adalah minuman rasa kelapa sebesar 80,46 ppm dan kadar sampel C adalah minuman rasa leci sebesar 110,81. Ketiga kadar sampel belum melebihi ambang batas yang ditentukan yaitu 0-40 mg/kgBB (BPOM,2014).

B. Saran

1. Metode hasil optimasi untuk penelitian selanjutnya disarankan ditambahkan fase gerak berupa larutan buffer untuk hasil yang lebih optimum.

2. Aspartam yang digunakan lebih baik dipilih jenis aspartam yang memang digunakan untuk analisis sehingga tidak banyak pengotor dan hasil lebih optimum.



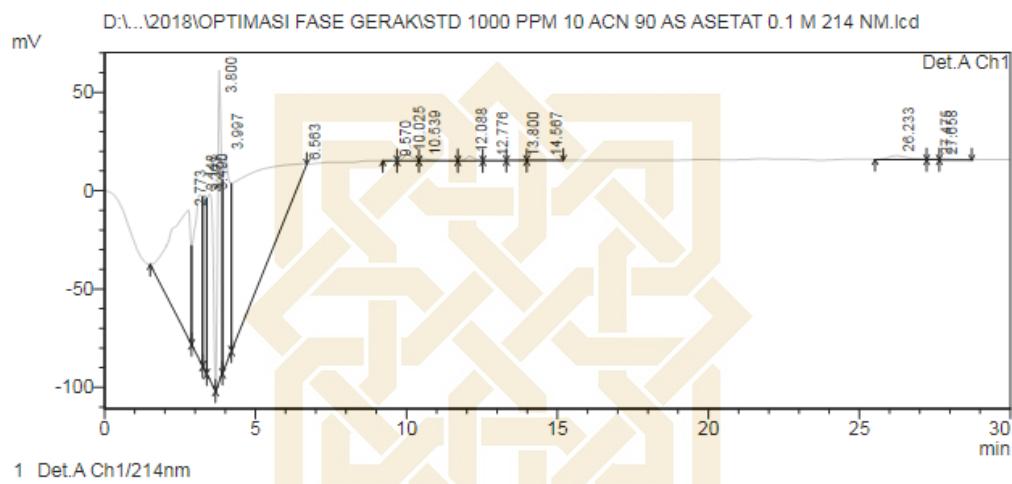
DAFTAR PUSTAKA

- [AOAC] Association of Official Analytical Chemist. 1998. Official Methods Analysis The Association of Analytical Chemist, 16th ed. Arlington: VA
- Anwar, Faisal dan Khomsan, Ali. 2009. *Makan Tepat, Badan Sehat*. Jakarta : Hikmah.
- BPOM. 2014. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan RINo. 4 Tahun 2014 tentang Batas Maksimum Penggunaan Bahan Tambahan Pangan Pemanis. Badan Pengawas Obat dan Makanan : Jakarta
- Butchko, Harriett H, dkk. 2002. Aspartame : Review of Safety, Regul. Toxicol Pharmacol, 35, 5-6
- Cahyadi, W. 2009. *Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan Edisi Kedua*. Jakarta: Bumi Aksara.
- Cahyo dan Diana. 2006. Bahan Tambahan Pangan. Yogyakarta: Kanisius.
- Chang, Raymond. 2004. *Kimia Dasar: Konsep-konsep Inti*. Ed. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Dali, dkk. 2013. *Analisis Kandungan Aspartam yang terdapat pada Minuman Jajanan Anak Sekolah yang Beredar di Makassar dengan Metode HPLC*. Jurnal Asy-Syifaa Volume 05 (02). Makasar: Universitas Hasanuddin.
- Gandjar, Abdul Rohman, Abdul. 2007. *Metode Kromatografi untuk Analisis Makanan*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Gritter, R.J., Bobbit, J.M., dan Swharting, A.E. 1991. *Pengantar Kromatografi Edisi Kedua*. Bandung : ITB
- Harmita. 2004. Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya, *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol.I, No.3, Desember.
- Hayun, Haraha, Y., dan Aziza, C. 2004 *Penetapan Kadar Sakarin, Asam Benzoat, Asam Sorbat, Kofeina, dan Aspartam Di Dalam Beberapa Minuman Ringan Bersoda Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*, Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol.I, No.3. Jakarta: Departemen Farmasi FMIPA UI.
- Munson, J.W. 1991. *Analisis Farmasi*. Diterjemahkan oleh Harjana. Surabaya: Universitas Air Langga.

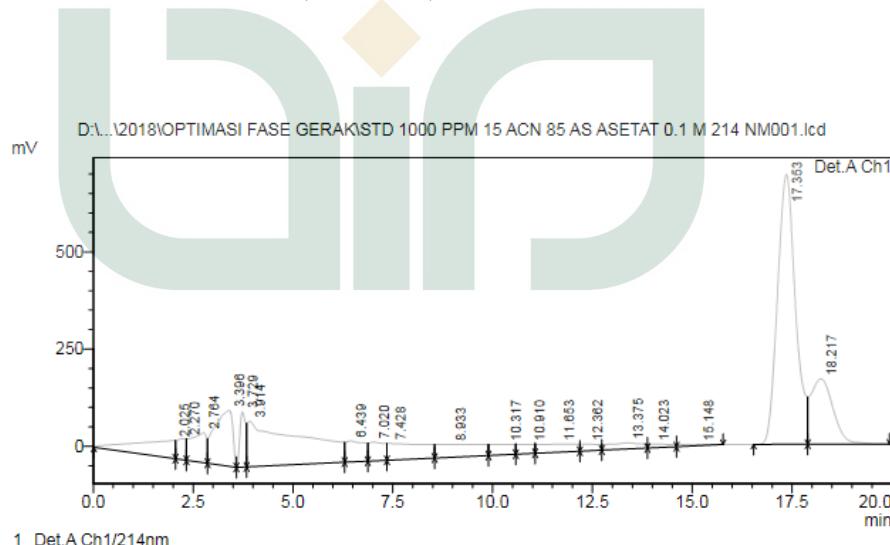
- Panggabean, Aman Sentosa. 2012. *Penentuan Kloramfenikol dalam Daging Ayam Broiler dengan Metode High Performance Liquid Chromatography*. Jurnal Kimia Mulawarman Volume 9 No. 2. Universitas Mulawarman
- Pratiwi, Putri. 2011. *Optimasi Fase Gerak Metanol –Air dan Laju Alir pada Penetapan Kadar Campuran Teofilin dan Efedrin HCL dalam Tablet dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT)*. Medan : Universitas Sumatra Utara.
- Rohman, Abdul. 2011. *Analisis Bahan Pangan*. Yogyakarta: Pustaka Belajar.
- S.M Khopkar. 2003. *Konsep Kimia Dasar Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia Press.
- Sakidja. 1989. *Kimia Pangan*. Jakarta: Departemen Pendidikan dan Kebudayaan.
- Sastrohamidjojo, H., 1991. *Kromatografi*. Edisi ke-1. Yogyakarta : Liberty
- Snyder, L.R., Kirkland, J.J. and Glajch, J.L. 1997, Practical HPLC Method Development, 2nd ed, John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey, pp 60-70.
- Sudjadi.1988. *Metode Pemisahan*. Yogyakarta: Fakultas Farmasi UGM.
- Sumarno.2001. *Kromatografi Dasar*. Yogyakarta: Fakultas Farmasi UGM.
- Sunardi. 2005. *Penuntun Praktikum Kimia Analisan Instrumentasi*. Depok : FMIPA UI.
- Winda. 2010. *Penetapan Kadar Aspartam Pada Minuman Berenergi “X” Serbuk dengan Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi*. Surabaya: Universitas Surabaya.
- Wonorahardjo, Surjani. 2013. *Metode-Metode Pemisahan Kimia*. Malang: Indeks.
- Yolanda. 2010. *Optimasi dan Validasi Metode Penetapan Kadar Aspartam dalam Minuman Serbuk Beraroma Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi Fase Terbalik*. Yogyakarta: Universitas Sanata Darma.

LAMPIRAN

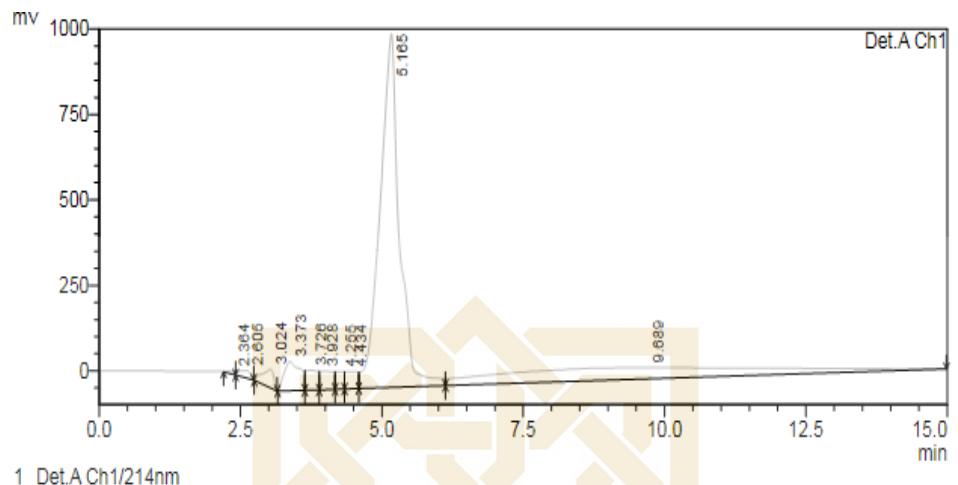
Lampiran 1.Hasil Optimasi Fase Gerak Asetonitril : Asam Asetat



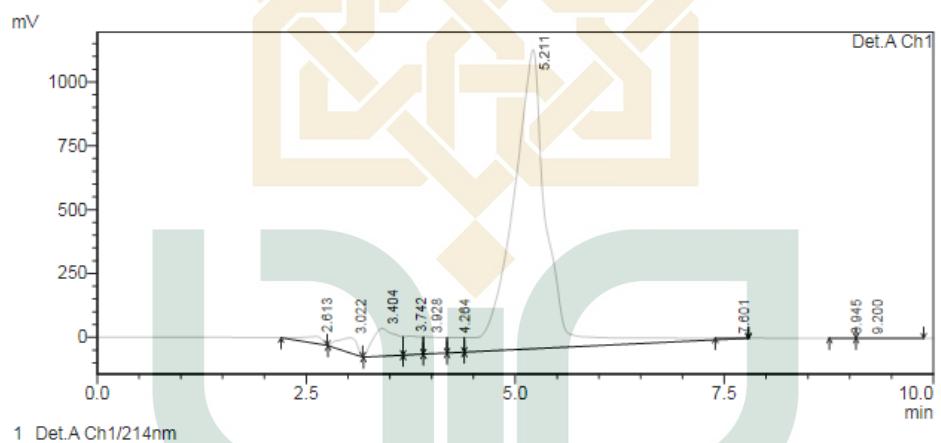
Asetonitril : Asam Asetat (10:90 v/v)



Asetonitril : Asam Asetat (15:90)

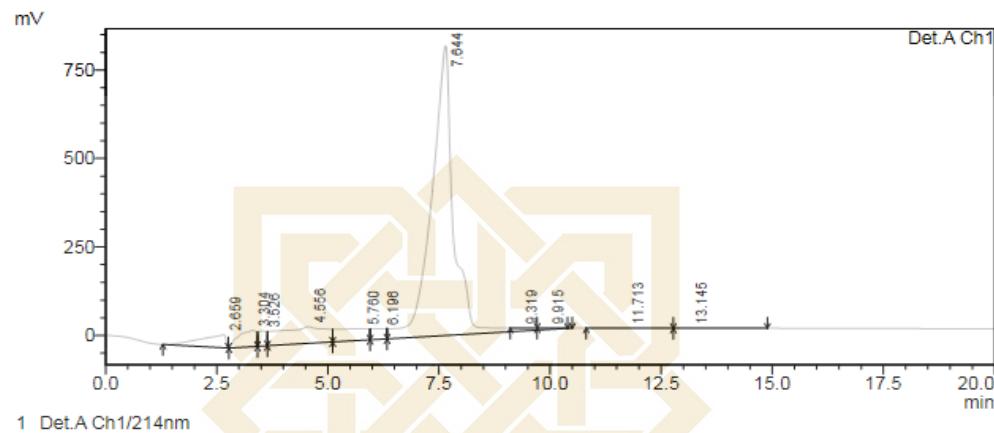


Asetonitril : Asam Asetat (20:80 v/v)

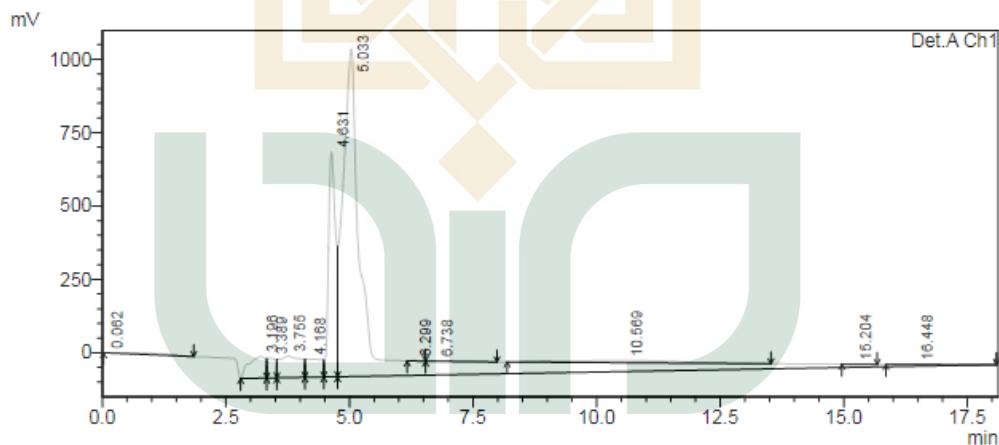


Asetonitril : Asam Asetat (25:75 v/v)

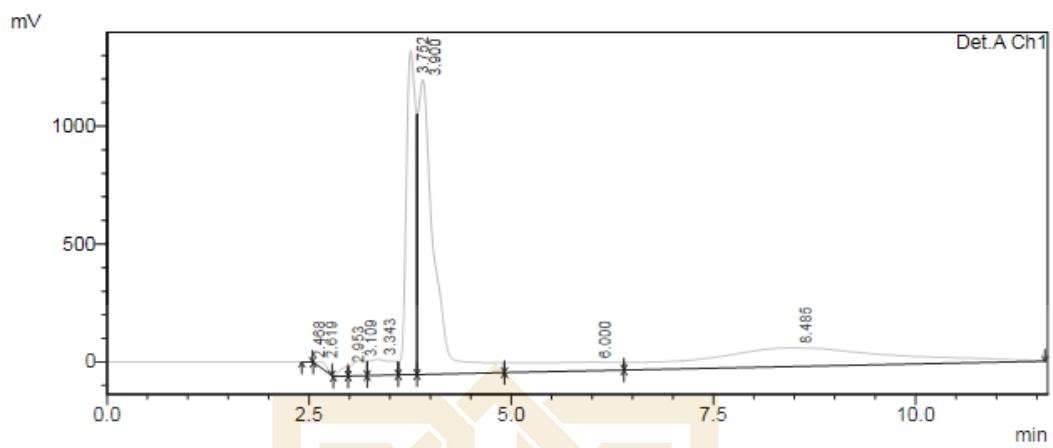
Lampiran 2. Optimasi Fase Gerak Metanol : Asam Asetat



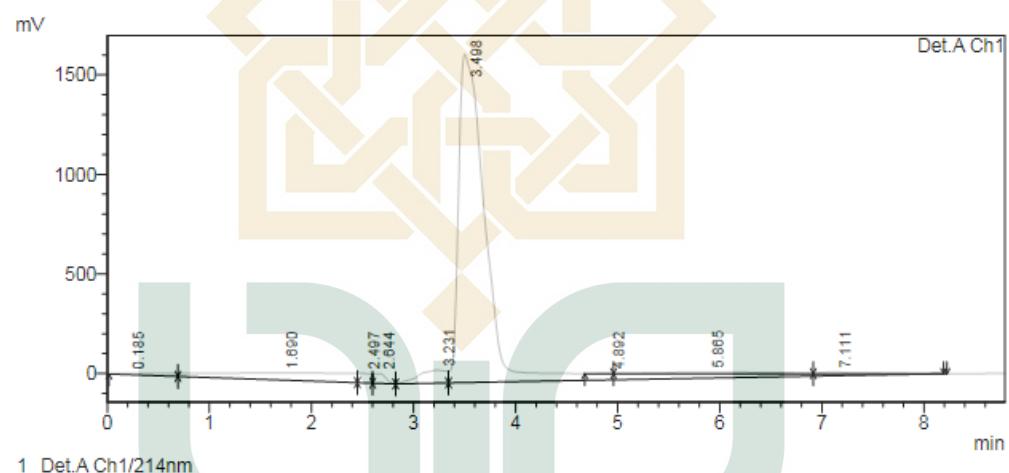
Fase Gerak Metanol : Asam Asetat (40:60 v/v)



Fase Gerak Metanol : Asam Asetat (50:50 v/v)

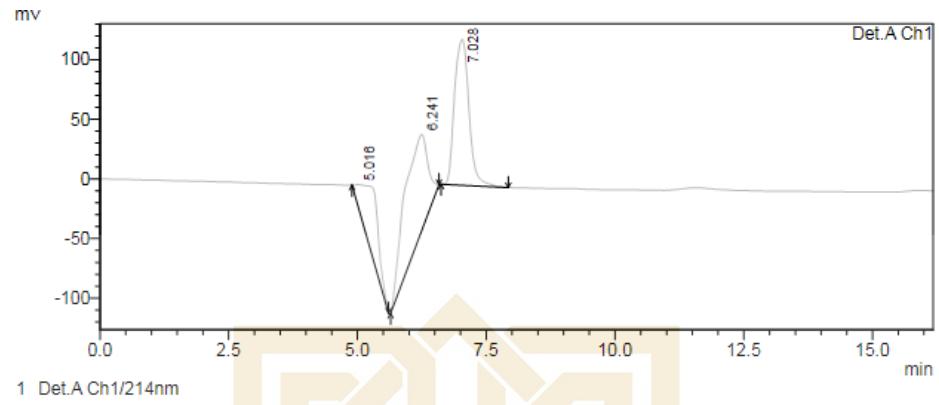


Fase Gerak Metanol : Asam Asetat (60:40 v/v)

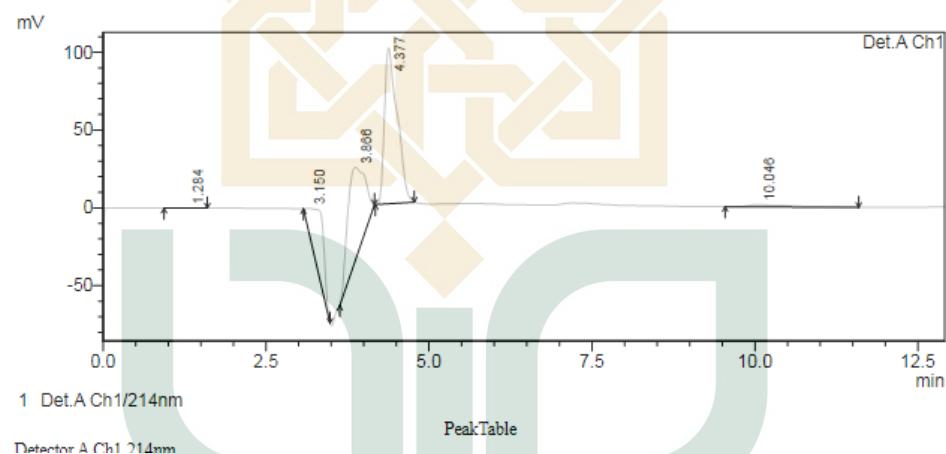


Fase Gerak Metanol : Asam Asetat (65:35 v/v)

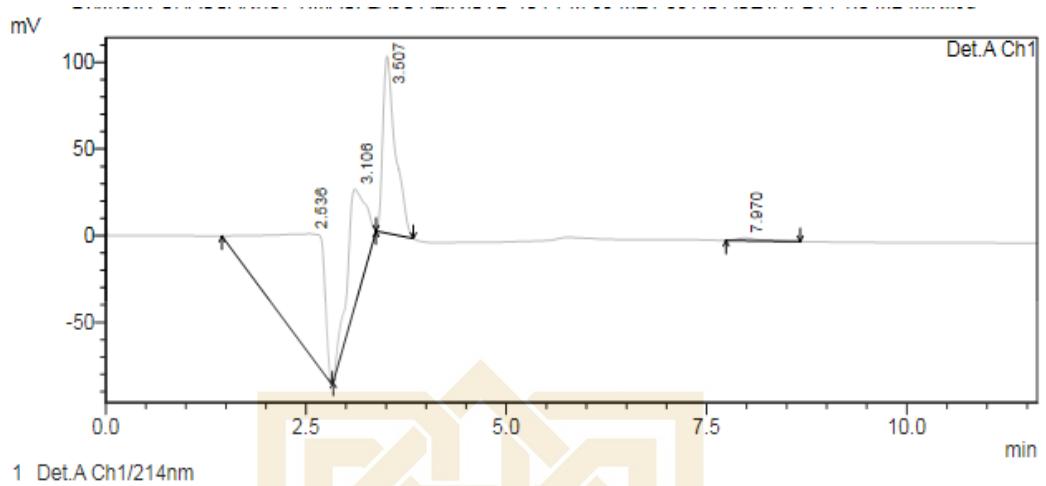
Lampiran 3. Hasil Optimasi Laju Alir Metanol : Asam Asetat



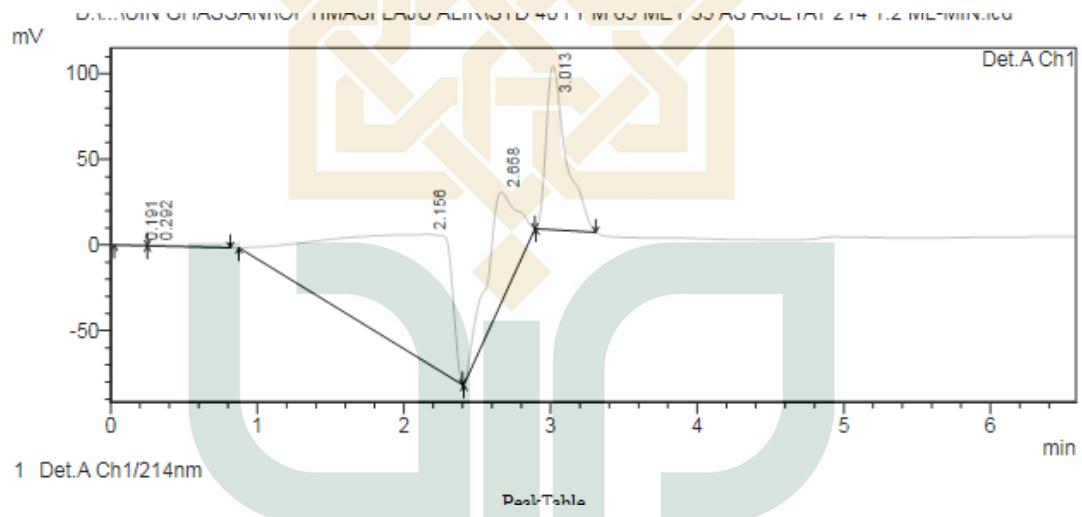
Laju Alir Fase Gerak Metanol : Asam Asetat 0,5 mL/menit



Laju Alir Fase Gerak Metanol : Asam Asetat 0,8 mL/menit

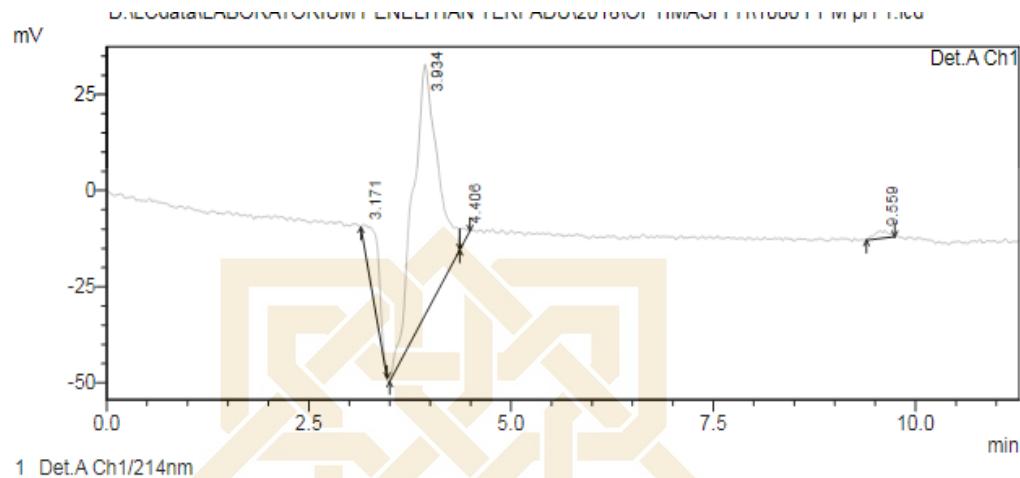


Laju Alir Fase Gerak Metanol: Asam asetat 1,0 mL/menit

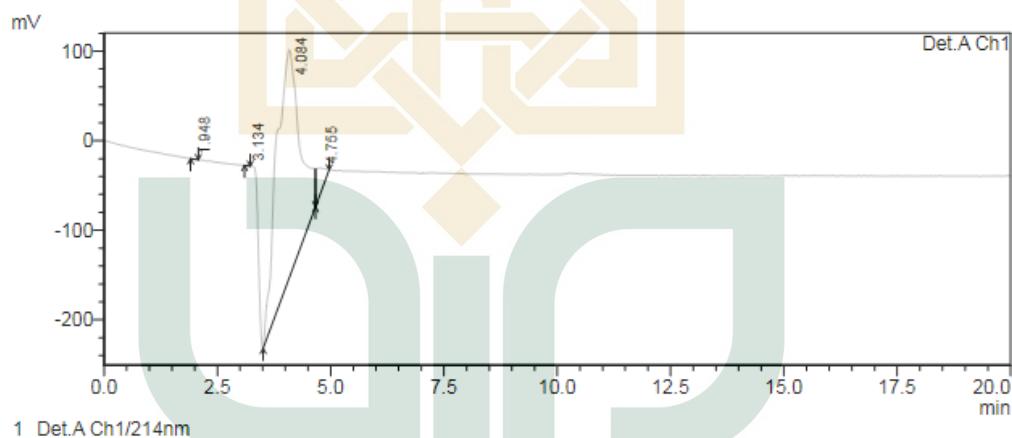


Laju Alir Fase Gerak Metanol : Asam Asetat 1,2 mL/menit

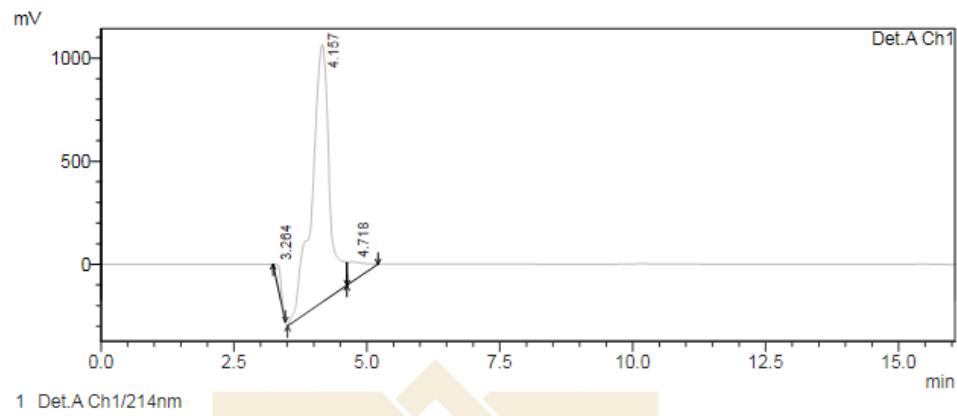
Lampiran 4. Hasil Optimasi pH Fase Gerak Metanol : Asam Asetat



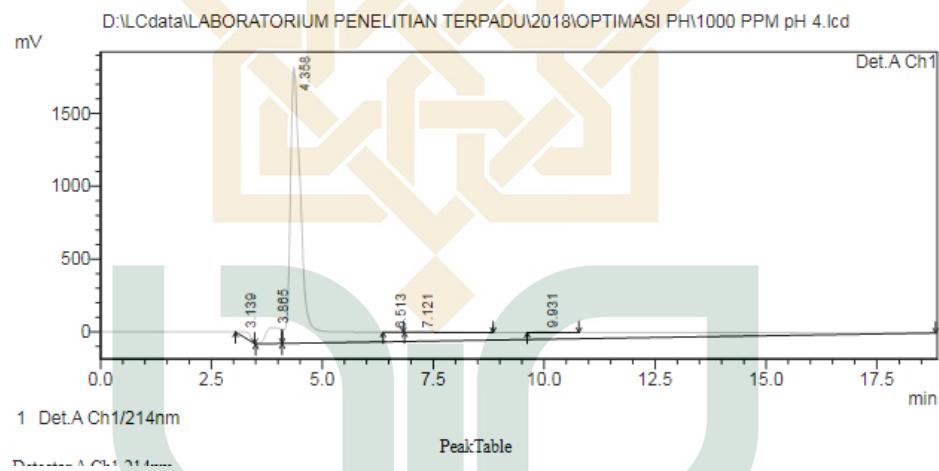
Fase Gerak Metanol : Asam Asetat pH 1



Fase Gerak Metanol : Asam Asetat pH 2



Fase Gerak Metanol : Asam Asetat pH 3



Fase Gerak Metanol : Asam Asetat pH 4

Lampiran 5. Perhitungan

A. Kadar Sampel

$$Y = 0,5225x - 0,0636$$

1. Sampel A 1

Data AUC = 577611 , tR = 4,423

$$X = \frac{5,77611+0,0636}{0,5225} = 11,17 \text{ ppm}$$

2. Sampel A2

Data AUC = 632610, tR = 4,425

$$X = \frac{6,32610+0,0636}{0,5225} = 12,22 \text{ ppm}$$

3. Sampel A3

Data AUC = 613402, tR = 4,428

$$X = \frac{6,13402+0,0636}{0,5225} = 11,86 \text{ ppm}$$

1. Sampel B1

Data AUC = 449089, tR = 4,570

$$X = \frac{4,49089+0,0636}{0,5225} = 8,72 \text{ ppm}$$

2. Sampel B 2

Data AUC = 434454 , tR = 4,584

$$X = \frac{4,34454+0,0636}{0,5225} = 8,44 \text{ ppm}$$

3. Sampel B3

Data AUC = 422655, tR = 4,621

$$X = \frac{4,22655+0,0636}{0,5225} = 8,21 \text{ ppm}$$

1. Sampel C1

Data AUC = 622028, tR = 4,622

$$X = \frac{6,22028+0,0636}{0,5225} = 12,02 \text{ ppm}$$

2. Sampel C2

Data AUC = 595233, tR = 4,621

$$X = \frac{5,95233+0,0636}{0,5225} = 11,51 \text{ ppm}$$

3. Sampel C3

Data AUC = 626980, tR = 4,620

$$X = \frac{6,26980+0,0636}{0,5225} = 12,12 \text{ ppm}$$

B. Data Akurasi

Kadar Aspartam	Replikasi I	Replikasi II	Replikasi III
2 ppm	114308	119228	112754
4 ppm	192951	189205	203891
6 ppm	309627	311431	314334

Akurasi 2 ppm

1. Replikasi I

$$X = \frac{1,14308+0,0636}{0,5225} = 2,30 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{2,3}{2} \times 100 \% = 117,3\%$$

2. Replikasi II

$$X = \frac{1,19228+0,0636}{0,5225} = 2,40 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{2,4}{2} \times 100\% = 120,1\%$$

3. Replikasi III

$$X = \frac{1,12754+0,0636}{0,5225} = 2,3 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{2,3}{2} \times 100\% = 117,3\%$$

Akurasi 4 ppm

1. Replikasi I

$$X = \frac{1,92951+0,0636}{0,5225} = 3,81 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{3,81}{4} \times 100\% = 95,25 \%$$

2. Replikasi II

$$X = \frac{1,89205+0,0636}{0,5225} = 3,74 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{3,74}{4} \times 100\% = 93,50\%$$

3. Repikasi III

$$X = \frac{2,03891+0,0636}{0,5225} = 4,02 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{4,02}{4} \times 100\% = 100,5\%$$

Akurasi 6 ppm

1. Replikasi I

$$X = \frac{3,09627+0,0636}{0,5225} = 6,04 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{6,04}{6} \times 100\% = 100,6\%$$

2. Replikasi II

$$X = \frac{3,11431+0,0636}{0,5225} = 6,08 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{6,08}{6} \times 100\% = 101,13\%$$

3. Replikasi III

$$X = \frac{3,14334+0,0636}{0,5225} = 6,13 \text{ ppm}$$

$$\% \text{ Recovery} = \frac{6,13}{6} \times 100\% = 102,3\%$$

C. Data Presisi

Presisi 2 ppm

Replikasi	Tr	AUC/100000
I	4,336	1,14308
II	4,336	1,19228
III	4,336	1,12754

$$SD = \sqrt{\frac{3(3,9995) - 11,99168}{6}} = 0,033$$

$$\% RSD = \frac{0,033}{1,1543} \times 100\% = 2,86\%$$

Presisi 4 ppm

Replikasi	tR	AUC/100000
I	4,364	1,92951
II	4,364	1,89205
III	4,364	2,03891

$$SD = \sqrt{\frac{3(11,4600) + 34,34511}{6}} = 0,07625$$

$$\% RSD = \frac{0,07625}{1,9534} \times 100\% = 3,9\%$$

Presisi 6 ppm

Replikasi	tR	AUC/100000
I		3,09627
II		3,11431
III		3,14334

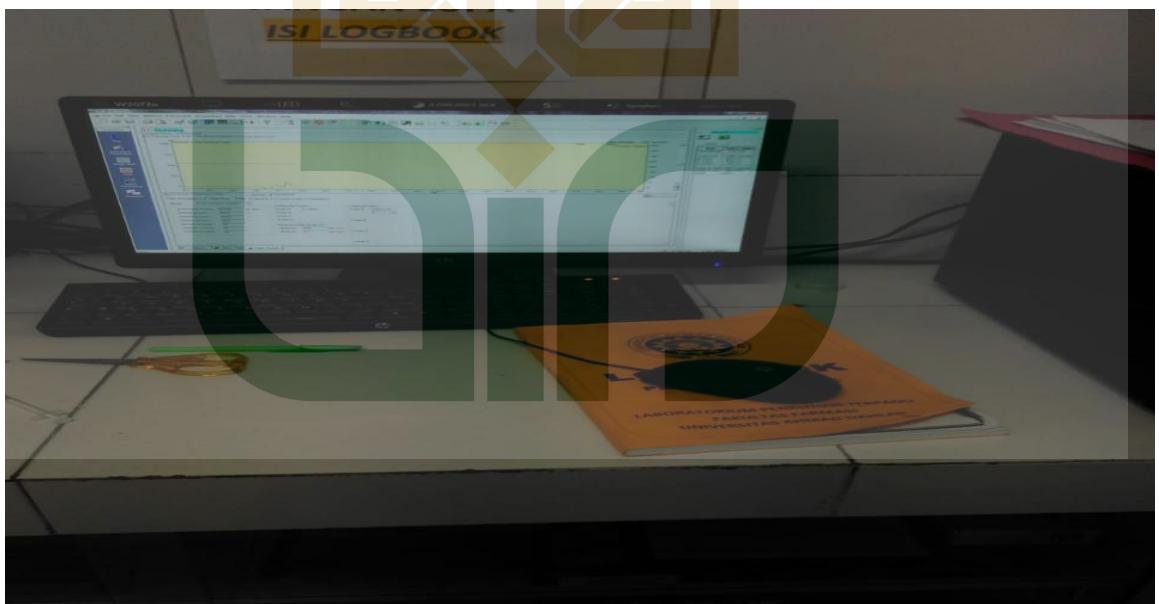
$$SD = \sqrt{\frac{3(29,16638) - 87,495819}{6}} = 0,0235$$

$$\% RSD = \frac{0,02353}{3,1179} \times 100\% = 0,7545\%$$

Lampiran 6. Gambar Penelitian



Gambar 1. Sampel Minuman Ringan



Gambar 2. Analisis KCKT



Gambar 3. Desikator



Gambar 4. KCKT

DAFTAR RIWAYAT HIDUP



Nama : Ghassani Alifah
Tempat, tanggal, Lahir : Bantul, 18 Mei 1995
Alamat : Jageran MJ III/389 RT.29 RW.08 Kec. Mantrijeron
Kel. Mantrijeron, Yogyakarta.

No.HP : 089529391735
e-mail : alifahghassani@gmail.com

Riwayat Pendidikan :

- | | |
|--|-------------|
| 1. S1 UIN SUNAN KALIJAGA YOGYAKARTA JURUSAN KIMIA,
FAKULTAS SAINS dan TEKNOLOGI | 2013 - 2018 |
| 2. MAN YOGYAKARTA II | 2010 - 2013 |
| 3. SMP NEGERI 3 YOGYAKARTA | 2007 - 2010 |
| 4. SD MUHAMMADIYAH JOGOKARYAN | 2002 - 2007 |

Pengalaman Pekerjaan :

- | | |
|--|-----------------|
| 1. Staff Pengajar di TPA Masjid Al-Huda Harnas | 2011 – 2016 |
| 2. Tentor Bimbingan Belajar Azkiya | 2015 – sekarang |
| 3. PKL BPTP Kota Yogyakarta | 2016 |
| 4. Tentor Bimbingan Belajar Assalam | 2018 – sekarang |

Pengalaman Organisasi :

1. Wakil Ketua MPK OSIS MAN Yogyakarta II
2. Sekretaris Majalah AUSATH
3. Sekretaris dan Pengajar TPA Masjid Al –Huda Harnas
4. Anggota Ikatan Mahasiswa Muhammadiyah (IMM) Cabang Depok, Sleman

5. Sekretaris Pimpinan Cabang Nasyiatul Aisyiyah (PCNA) Mantrijeron
6. Koordinator Departemen Kaderisasi PCNA Mantrijeron
7. Anggota Dept. Sosialisasi PDNA Kota Yogyakarta

