

**PENGARUH PERBEDAAN SUHU TERHADAP KADAR BAHAN
BAKU Natrium SIKLAMAT DENGAN METODE
NITRIMETRI**



Oleh :

**Fahreza Artha Raya
33211495C**

**FAKULTAS FARMASI
PROGRAM STUDI D-III ANALIS FARMASI DAN MAKANAN
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA
2024**

**PENGARUH PERBEDAAN SUHU TERHADAP KADAR BAHAN
BAKU Natrium SIKLAMAT DENGAN METODE
NITRIMETRI**

KARYA TULIS ILMIAH

*Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat mencapai
derajat Ahli Madya Kesehatan*

*Program Studi D-III Analis Farmasi dan Makanan pada Fakultas
Farmasi Universitas Setia Budi*

Oleh :

**Fahreza Artha Raya
33211495C**

**FAKULTAS FARMASI
PROGRAM STUDI D-III ANALIS FARMASI DAN MAKANAN
UNIVERSITAS SETIA BUDI
SURAKARTA
2024**

PENGESAHAN KARYA TULIS ILMIAH

Berjudul :

PENGARUH PERBEDAAN SUHU TERHADAP KADAR BAHAN BAKU NATRIUM SIKLAMAT DENGAN METODE NITRIMETRI

Oleh:

Fahreza Artha Raya

33211495C

Telah disetujui oleh Pembimbing

Tanggal : 5 Juni 2024

Pembimbing



apt. Endang Sri Rejeki, M.Si.
NIDN : 0601057802

PENGESAHAN KARYA TULIS ILMIAH

Berjudul

PENGARUH SUHU TERHADAP KADAR BAHAN BAKU Natrium SIKLAMAT DENGAN METODE NITRIMETRI

Oleh :

Fahreza Artha Raya

33211495C

Dipertahankan di hadapan Panitia Pengujian Karya Tulis Ilmiah

Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi

Pada tanggal : 4 Juli 2024

Pembimbing,



apt. Endang Sri Rejeki, M.Si.



Dr. apt. Iswandi, S.Si., M.Farm.

Pengujji :

1. Dr. Nuraini Harmastuti, S.Si., M.Si
2. apt. Reslely Harjanti, M.Sc.
3. apt. Endang Sri Rejeki, M.Si.

1.



2.



3.

PERNYATAAN

Dengan ini saya menyatakan bahwa karya tulis ilmiah ini adalah hasil pekerjaan saya sendiri dan tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar Ahli Madya Kesehatan di suatu Perguruan Tinggi dan sepanjang pengetahuan saya tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila karya tulis ilmiah ini terdapat jiplakan dari penelitian/karya ilmiah/skripsi orang lain, maka saya siap menerima sanksi, baik secara akademis maupun hukum.

Surakarta, Juli 2024



Fahreza Artha Raya

PERSEMBAHAN

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan karunia-Nya, sehingga dapat melaksanakan dan menuliskan Karya Tulis Ilmiah sebagai salah satu syarat untuk meraih gelar Ahli Madya Sains pada program studi D-III Analis Farmasi dan Makanan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi. Karya Tulis ini saya persembahkan untuk :

1. Allah SWT yang senantiasa memberikan rahmat, karunia, hidayah, anugerah-Nya, serta memberikan petunjuk di saat menemukan jalan buntu pada pelaksanaan dan penyusunan Karya Tulis Ilmia ini,
2. Ayah, Ibu, dan seluruh keluarga besar yang senantiasa mendukung dan mengarahkan agar masa depan saya terjamin, serta
3. Sahabat saya yang selalu menemani dan membantu dalam segala hal.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah memberikan rahmat dan hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah yang berjudul "PENGARUH PERBEDAAN SUHU TERHADAP KADAR BAHAN BAKU NATRIUM SIKLAMAT DENGAN METODE NITRIMETRI" sebagai salah satu syarat untuk meraih gelar Ahli Madya Sains pada program studi D-III Analis Farmasi dan Makanan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi.

Penyusunan dan pelaksanaan Karya Tulis Ilmiah ini tidak terlepas dari bantuan, bimbingan serta motivasi berbagai pihak, sehingga dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Dr. Ir. Djoni Taringan, MBA. selaku Rektor Universitas Setia Budi
2. Dr. apt. Iswandi, S.Si., M.Farm. selaku Dekan Fakultas Farmasi Universitas Setia Budi
3. apt. Vivin Nopiyanti, S.Farm., M.Sc. selaku Ketua Program Studi D-III Analis Farmasi dan Makanan Universitas Setia Budi
4. apt. Endang Sri Rejeki, M.Si. selaku dosen pembimbing yang telah memberikan banyak saran, bantuan, waktu, motivasi dan tenaga dalam penyusunan Karya Tulis Ilmiah ini.
5. Seluruh dosen – dosen pengajar Program Studi D-III Analis Farmasi dan Makanan yang telah memberikan ilmu yang sangat bermanfaat dan berguna untuk penyusunan dan pelaksanaan Karya Tulis Ilmiah ini.
6. Staf laboratorium dan perpustakaan yang telah membantu melancarkan pelaksanaan penelitian Karya Tulis Ilmiah ini.
7. Orang tua dan seluruh keluarga yang selalu memberikan dukungan, doa dan arahan kepada penulis sehingga dapat melaksanakan, menyusun, dan menyelesaikan Karya Tulis Ilmiah ini.

Penulis menyadari masih banyak kekurangan dalam penyusunan dan pelaksanaan Karya Tulis Ilmiah ini. Penulis sangat mengharapkan kritik dan saran yang membantu serta membangun, semoga Karya Tulis Ilmiah ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca dalam menambahkan serta meningkatkan wawasan.

Surakarta, Juli 2024

Fahreza Artha Raya

DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	ii
PENGESAHAN KARYA TULIS ILMIAH	iii
PENGESAHAN KARYA TULIS ILMIAH	iv
PERNYATAAN	v
PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
DAFTAR SINGKATAN.....	xiv
ABSTRAK	xv
ABSTRACT	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
A. Latar Belakang	1
B. Rumusan Masalah.....	2
C. Tujuan Penelitian	2
D. Kegunaan Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
A. Pemanis	4
1. Definisi.....	4
2. Penggolongan Pemanis	4
3. Tujuan penggunaan pemanis sintetis	5
B. Siklamat	5
1. Definisi.....	5
2. Struktur siklamat.....	5
3. Sifat siklamat	6
4. Bahaya siklamat	6

5. Batasan penggunaan siklamat	6
C. Titrasi Nitrimetri	6
D. Validasi Metode	8
1. Linearitas	8
2. Presisi.....	9
3. Akurasi.....	9
4. Spesifisitas	10
D. Landasan Teori.....	11
E. Hipotesis	12
BAB III METODE PENELITIAN.....	13
A. Populasi dan Sampel	13
B. Variabel Penelitian.....	13
1. Identifikasi Variabel Utama.....	13
2. Klasifikasi Variabel Utama.....	13
3. Definisi Operasional Variabel Utama	13
C. Bahan dan Alat.....	14
D. Jalannya Penelitian.....	14
1. Uji kualitatif bahan baku natrium siklamat.....	14
2. Preparasi larutan sekunder natrium nitrit 0,01 N 1000 mL	14
3. Pembakuan natrium nitrit.....	15
4. Preparasi larutan bahan baku natrium siklamat 1%	15
5. Analisis pengaruh perbedaan suhu pada kadar bahan baku natrium siklamat menggunakan metode nitrimetri.....	15
5. Validasi metode	15
E. Analisis Hasil	16
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....	17
A. Uji Kualitatif Bahan Baku Natrium Siklamat.....	17
B. Pembakuan Larutan Sekunder Natrium Nitrit	17
C. Analisis Pengaruh Perbedaan Suhu Pada Kadar Bahan Baku Natrium Siklamat	18
D. Validasi Metode	19
1. Linearitas	19
2. Akurasi.....	20
3. Presisi.....	20
D. Analisis data menggunakan SPSS.....	21
1. Uji normalitas menggunakan Shapiro-Wilk	21
2. Uji Chi Square.....	21
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	23

A. Kesimpulan	23
B. Saran	23
DAFTAR PUSTAKA.....	24
LAMPIRAN	28

DAFTAR TABEL

	Halaman
1. Tingkat presisi berdasarkan konsentrasi analit.....	9
2. Nilai persen recovery berdasarkan nilai konsentrasi sampel.....	10
3. Hasil pembakuan natrium siklamat	17
4. Hasil Kadar dengan Pengaruh Perbedaan Suhu	18
5. Linearitas	19
6. Hasil Uji Akurasi.....	20
7. Hasil uji presisi	20
8. Hasil uji Shapiro-Wilk.....	21
9. Hasil uji Chi-Square	21

DAFTAR GAMBAR

Halaman

1. Struktur Natrium Siklamat	6
2. Reaksi diazotasi	7
3. Reaksi perubahan warna.....	7
4. Reaksi Terbentuknya Endapan BaSO ₄	17
5. Grafik kurva kalibrasi.....	19

DAFTAR LAMPIRAN

Halaman

1.	Sampel bahan baku natrium siklamat.....	28
2.	Preparasi larutan uji bahan baku natrium siklamat sebelum titrasi	29
3.	Larutan bahan baku induk natrium siklamat 1%	30
4.	Penimbangan kristal natrium nitrit sebagai larutan baku sekunder.....	31
5.	Penimbangan sampel bahan baku natrium siklamat.....	32
6.	Hasil uji pengendapan	33
7.	Hasil titik akhir titrasi	34
8.	Data pembuatan larutan sekunder natrium nitrit	35
9.	Data pembuatan larutan baku	36
10.	Data pembakuan NaNO ₂	37
11.	Data perhitungan kadar natrium siklamat.....	39
12.	Validasi metode kategori 1	41

DAFTAR SINGKATAN

mg	Miligram
mL	Mililiter
ppm	<i>Part per million</i>
ppb	<i>Part per billion</i>
SD	Standar deviasi
RSD	Standar deviasi relatif
UV-Vis	Ultraviolet-Visible
°C	Derajat <i>celcius</i>

ABSTRAK

FAHREZA ARTHA RAYA, 2023, ANALISIS PENGARUH PERBEDAAN SUHU PADA KADAR BAHAN BAKU NATRIUM SIKLAMAT DENGAN METODE NITRIMETRI, KARYA TULIS ILMIAH, PROGRAM STUDI D-III ANALIS FARMASI DAN MAKANAN, FAKULTAS FARMASI, UNIVERSITAS SETIA BUDI. Dibimbing oleh apt. Endang Sri Rejeki, M.Si.

Siklamat merupakan salah satu pemanis buatan yang sering digunakan pada makanan dan minuman untuk memberikan rasa manis. Siklamat memiliki gugus alifatis sekunder pada strukturnya dan dapat ditentukan kadarnya dengan nitrimetri. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui siklamat dapat dianalisis secara nitrimetri dan mengetahui pengaruh perbedaan suhu terhadap kadar natrium siklamat secara nitrimetri.

Penelitian ini menggunakan sampel bahan baku murni natrium siklamat yang dilakukan uji pengendapan dan dianalisis secara nitrimetri dengan menggunakan beberapa suhu, yaitu 5 °C, 10 °C, dan 15 °C. Validasi dilakukan untuk menguji kebenaran dari metode yang digunakan dengan uji linearitas, akurasi, dan presisi secara nitrimetri.

Hasil uji pengendapan menghasilkan hasil positif membentuk endapan putih barium sulfat dan pengujian kuantitatif menandakan perbedaan suhu tidak mempengaruhi kadar natrium siklamat yang dianalisis secara nitrimetri. Kadar natrium siklamat pada suhu 5 °C, 10 °C, dan 15 °C didapatkan kadar yang saling mendekati berturut-turut sebesar 0,100438292%; 0,101621466 %; dan 0,102278785%. Metode yang digunakan divalidasi dengan hasil persamaan linearitas $y = 0,244 + 49,2x$ dengan $r = 0,9997$. Pengujian akurasi menghasilkan nilai % recovery sebesar 100,17 %; 100,09 %; dan 99,88 %. Pengujian presisi menghasilkan nilai % RSD sebesar 0,26 %.

Kata kunci : natrium siklamat, perbedaan suhu, nitrimetri

ABSTRACT

FAHREZA ARTHA RAYA, 2023, ANALYSIS OF THE EFFECT OF TEMPERATURE DIFFERENCE ON THE CONTENT OF SODIUM CYCLAMATE RAW MATERIALS BY NITRIMETRIC METHOD, SCIENTIFIC PAPER, DIPLOMA OF PHARMACY AND FOOD ANALYSIS, FACULTY OF PHARMACY, SETIA BUDI UNIVERSITY. Supervised by apt. Endang Sri Rejeki, M.Si.

Cyclamate is an artificial sweetener that is often used in foods and beverages to give a sweet taste. Cyclamate has a secondary aliphatic group in its structure and can be determined by nitrimetry. This study aims to determine whether cyclamate can be analyzed by nitrimetry and to determine the effect of temperature differences on sodium cyclamate levels by nitrimetry.

This study used pure raw material samples of sodium cyclamate which were carried out precipitation tests and analyzed by nitrimetry using several temperatures, namely 5 °C, 10 °C, and 15 °C. Validation was carried out to test the correctness of the method used by testing linearity, accuracy, and precision by nitrimetry.

The results of the precipitation test produced positive results forming a white precipitate of barium sulfate and quantitative testing indicated that temperature differences did not affect the levels of sodium cyclamate analyzed by nitrimetry. The levels of sodium cyclamate at 5 °C, 10 °C, and 15 °C obtained levels that are close to each other respectively of 0.100438292%; 0.101621466%; and 0.102278785%. The method used was validated with the results of the linearity equation $y = 0.244 + 49.2x$ with $r = 0.9997$. Accuracy testing resulted in % recovery values of 100.17%; 100.09%; and 99.88%. Precision testing produces a % RSD value of 0.26%.

Keywords : sodium cyclamate, temperature differences, nitrimetric

BAB I

PENDAHULUAN

A. Latar Belakang

Kebutuhan manusia terdiri dari kebutuhan primer, sekunder, dan tersier. Kebutuhan primer merupakan kebutuhan yang paling penting di dalam kehidupan manusia, seperti sandang, pangan dan papan. Pangan merupakan hal yang sangat penting dalam kebutuhan primer, tanpa adanya pangan suatu individu akan kelaparan, kehausan, sakit, hingga berujung kematian. Menurut peraturan pemerintah No. 17 Tahun 2015 tentang ketahanan pangan dan gizi, pangan merupakan segala sesuatu yang berasal dari sumber hayati baik yang diolah maupun tidak diolah yang diperuntukkan sebagai makanan atau minuman bagi konsumsi manusia.

Perkembangan dunia pangan di Indonesia yang semakin meningkat pesat setiap tahun diiringi dengan banyaknya bahan-bahan kimia yang menjadi primadona industri pangan di Indonesia sebagai bahan tambahan pangan dibandingkan bahan-bahan yang berasal dari alam. Penggunaan bahan tambahan pangan dalam suatu produk pangan merupakan peranan yang semakin penting sejalan dengan kemajuan teknologi produksi bahan tambahan pangan sintetis. Banyaknya bahan tambahan pangan dalam bentuk lebih murni dan tersedia secara komersil dengan harga yang relatif lebih murah akan mendorong peningkatan pemakaian bahan tambahan pangan yang akan meningkatkan konsumsi bahan tersebut bagi setiap individu (Cahyadi, 2017). Bahan tambahan pangan (BTP) merupakan bahan yang ditambahkan ke dalam pangan untuk mempengaruhi sifat atau bentuk pangan. Bahan tambahan pangan meliputi pengawet, pemanis, antioksidan, pembuih, dan masih banyak lagi (BPOM, 2014).

Penggunaan bahan tambahan pangan dalam produksi pangan harus diwaspadai oleh produsen dan konsumen. Bahan tambahan pangan akan memberikan dampak positif dan negatif bagi masyarakat. Penyalahgunaan bahan tambahan pangan ini akan membahayakan masyarakat, terutama generasi muda yang menjadi pondasi masa depan bangsa (Cahyadi, 2017).

Siklamat merupakan salah satu pemanis buatan yang digunakan dalam bentuk garam kalsium, kalium, dan natrium siklamat. Siklamat memiliki tingkat kemanisan relatif sebesar 30 kali tingkat

kemanisan sukrosa dengan tanpa nilai kalori (SNI, 2004). Penggunaan siklamat dibatasi dalam Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 722/Menkes/Per/IX/88 sebesar 3 g/kg bahan pangan dan minuman, serta WHO membatasi penggunaan siklamat sebesar 11 mg/kg berat badan.

Natrium siklamat dapat ditentukan kadarnya menggunakan beberapa metode, salah satunya yaitu dengan nitrimetri. Natrium siklamat yang memiliki gugus amin aromatis sekunder pada strukturnya, amin aromatis sekunder yang dihidrolisis akan berubah menjadi amin aromatis primer dan dapat dianalisis kadarnya menggunakan nitrimetri. Amin aromatis primer yang bereaksi dengan asam nitrit akan menghasilkan reaksi diazotasi. Asam nitrit didapatkan dari hasil reaksi natrium nitrit dengan asam hidroklorida (Azizah *et al*, 2015).

Nitrimetri adalah titrasi yang dipergunakan dalam analisis senyawa-senyawa organik, khususnya untuk persenyawaan amina primer yang dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu suhu, kecepatan reaksi, dan keasaman analit (Zulfikar, 2008). Suhu pada metode nitrimetri sangat berperan penting dalam pembentukan garam diazonium, karena garam diazonium hanya akan terbentuk dengan baik pada suhu 15 °C atau kurang dan jika suhu saat pengujian di atas 15 °C garam diazonium tidak akan terbentuk dengan sempurna (Mundriyastutik *et al*, 2021)

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka penulis akan melakukan penelitian tentang pengaruh perbedaan suhu pada kadar natrium siklamat menggunakan metode nitrimetri.

B. Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang, diperoleh rumusan masalah sebagai berikut :

1. Apakah natrium siklamat dapat dianalisis secara nitrimetri?
2. Apakah perbedaan suhu berpengaruh terhadap kadar natrium siklamat yang dianalisis secara nitrimetri?

C. Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah, penelitian ini bertujuan untuk :

1. Mengetahui natrium siklamat dapat dianalisis secara nitrimetri
2. Mengetahui perbedaan suhu berpengaruh terhadap kadar natrium siklamat yang dianalisis secara nitrimetri

D. Kegunaan Penelitian

Berdasarkan tujuan penelitian, kegunaan atau manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Bagi masyarakat, mengimbau dan memberikan informasi bahaya pemanis buatan natrium siklamat pada makanan dan minuman yang dijual secara bebas di pasaran
2. Bagi industri pangan, memberikan informasi pentingnya mematuhi batas maksimal penggunaan dan bahaya pemanis buatan yang melebihi batas maksimal pada bahan pangan yang diproduksi
3. Bagi analis, memberikan informasi terkait kadar natrium siklamat yang dapat ditetapkan kadarnya dengan metode titrasi dan memberikan informasi terkait pengaruh suhu terhadap reaksi diazotasi saat penetapan kadar natrium siklamat.