

SKRIPSI

**PENETAPAN KADAR NATRIUM SIKLAMAT PADA
MADU BERMERK DAN TIDAK BERMERK DI
DESA BULUHALA KOTA DUMAI SECARA
SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis**

OLEH:

**KAMELIA
NIM. 2105014**



**PROGRAM STUDI SARJANA FARMASI
SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN INDAH MEDAN
MEDAN
2025**

SKRIPSI

PENETAPAN KADAR NATRIUM SIKLAMAT PADA MADU BERMERK DAN TIDAK BERMERK DI DESA BULUHALA KOTA DUMAI SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis

Diajukan untuk melengkapi dan memenuhi syarat-syarat untuk memperoleh Gelar
Sarjana Farmasi pada Program Studi Sarjana Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu
Kesehatan Indah Medan

OLEH:

KAMELIA
NIM. 2105014



**PROGRAM STUDI SARJANA FARMASI
SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN INDAH MEDAN
MEDAN
2025**

PROGRAM STUDI SARJANA FARMASI
SEKOLAH TINGGI ILMU KESEHATAN INDAH MEDAN

TANDA PERSETUJUAN SKRIPSI

Nama : Kamelia
NIM : 2105014
Program Studi : Sarjana Farmasi
Jenjang Pendidikan : Strata Satu (S-1)
Judul Skripsi : Penetapan Kadar Natrium Siklamat Pada Madu Bermerk
dan Tidak Bermerk di Desa Buluhala Kota Dumai Secara
Spektrofotometri UV-Vis

Pembimbing I



(Dr. apt. Cut Fatimah, M.Si.)
NUPTK. 6938735636230092

Pembimbing II



(Muhammad Bagas F, M.Pd.)
NIDN. 0116079601

Penguji



(apt. Siti Aisyah Tanjung, S.Farm., M.Farm.)
NIDN. 0102119501

DIUJI PADA TANGGAL : 25 Oktober 2025
YUDISIUM : 25 Oktober 2025

Panitia Ujian

Ketua



(Andilala, S.Kep., Ners, M.K.M.)
NIDN. 0129017901

Sekretaris



(Dr. apt. Cut Fatimah, M.Si.)
NUPTK. 6938735636230092

SURAT PERNYATAAN

Yang bertanda tangan di bawah ini,

Nama : Kamelia

NIM : 2105014

Program Studi : Sarjana Farmasi

Jenjang Pendidikan : Strata Satu (S-1)

Judul Skripsi : Penetapan Kadar Natrium Siklamat Pada Madu Bermerk
dan Tidak Bermerk di Desa Buluhala Kota Dumai Secara
Spektrofotometri UV-Vis

Menyatakan bahwa skripsi yang saya buat ini adalah untuk memenuhi persyaratan melaksanakan kelulusan di Program Studi Sarjana Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Indah Medan. Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri, bukan duplikasi dari karya orang lain yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu perguruan yang lain atau yang pernah dimuat di suatu publikasi ilmiah, kecuali dalam bentuk kutipan yang telah disebutkan sumbernya dalam pustaka.

Selanjutnya apabila di kemudian hari ada pengaduan dari pihak lain, bukan menjadi tanggung jawab dosen pembimbing, penguji dan/atau pihak Program Studi Sarjana Farmasi Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Indah Medan, tetapi menjadi tanggung jawab sendiri. Demikian surat pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya dan tanpa paksaan dari siapapun.

Medan, 25 Oktober 2025
Yang menyatakan


Kamelia

PENETAPAN KADAR NATRIUM SIKLAMAT PADA MADU BERMERK DAN TIDAK BERMERK DI DESA BULUHALA KOTA DUMAI SECARA SPEKTROFOTOMETRI UV-Vis

ABSTRAK

Madu merupakan produk alami yang dihasilkan oleh lebah dari nektar bunga yang memiliki rasa manis dan mengandung berbagai zat aktif yang bermanfaat bagi kesehatan. Namun, saat ini banyak ditemukan madu yang ditambahkan bahan tambahan pangan berupa pemanis buatan seperti natrium siklamat untuk meningkatkan rasa manis dan menekan biaya produksi. Penggunaan natrium siklamat yang berlebihan dapat membahayakan kesehatan karena produk metabolismenya, sikloheksamin yang bersifat karsinogenik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar natrium siklamat pada madu bermerk dan tidak bermerk di Desa Buluhala Kota Dumai serta membandingkannya dengan batas maksimum yang diperbolehkan berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 722/Menkes/Per/IX/1988 yaitu 350 mg/kg.

Untuk itu, perlu di lakukan uji kadar natrium siklamat yang terdapat dalam madu bermerk dan tidak bermerk dilakukan secara spektrofotometri UV-Vis, sebelum dilakukan penetapan kadar diawali dengan uji identifikasi menggunakan beberapa pereaksi untuk memastikan ada nya kandungan siklamat di dalam sampel. Hasil penelitian menunjukkan bahwa seluruh sampel madu bermerk dan tidak bermerk mengandung natrium siklamat. Kadar natrium siklamat pada madu tidak bermerk yaitu $304,71 \pm 2,71$ mg/kg, $333,80 \pm 1,97$ mg/kg, dan $337,53 \pm 2,21$ mg/kg sedangkan pada madu bermerk nilainya lebih rendah dan masih di bawah batas maksimum, dapat disimpulkan bahwa madu tidak bermerk mengandung natrium siklamat dengan kadar yang mendekati batas maksimum yang diizinkan, sedangkan madu bermerk masih berada pada kadar aman. Diperlukan pengawasan lebih lanjut terhadap produk madu yang dijual bebas di pasaran agar sesuai dengan ketentuan keamanan pangan.

Kata kunci: *Madu bermerk, Madu tidak bermerk, Natrium siklamat Spektrofotometri UV-Vis.*

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kehadirat Allah SWT yang telah memberikan karunianya, sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini sebagai tugas akhir dalam memperoleh gelar Sarjana Farmasi di Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Indah Medan.

Skripsi yang berjudul “Penetapan Kadar Natrium Siklamat Pada Madu Bermerk Dan Tidak Bermerk di Desa Buluhala Kota Dumai Secara Spektrofotometri UV-Vis” diharapkan dapat menambah pengetahuan penulis dan bagi semua orang yang membaca tulisan ini. Penulis menyadari tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak sangat tidak mungkin penulis dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini. Untuk itu dengan segala kerendahan hati penulis mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada kedua orang tua penulis, Ayahanda tersayang Ramli dan Ibunda tersayang Sariyem, beserta saudara sekandung penulis Kakak Bdn., Kumala Dewi S. Keb., yang tiada henti-hentinya mendoakan dan memberikan semangat, kasih sayang serta dukungan baik dari segi materi maupun non-materi, serta atas kesabarannya yang luar biasa dalam setiap langkah hidup penulis. Penulis berharap dapat menjadi anak yang membanggakan.

Pada kesempatan ini penulis juga mengucapkan terimakasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak H. Abdul Haris Syarif Hasibuan, SE., selaku Pembina Yayasan Indah Medan, dan Bapak dr. M. Riski Ramadhan Hasibuan, SH., SE., M.K.M., selaku ketua Yayasan Indah Medan, yang telah menyediakan sarana dan prasarana selama pendidikan berlangsung di Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Indah Medan.

2. Bapak Andilala, S.Kep., Ners, M.K.M., selaku ketua STIKes Indah Medan, yang telah memberikan masukan kepada penulis.
3. Ibu Dr. apt. Cut Fatimah, M.Si., selaku Ketua Prodi S1 Farmasi STIKes Indah Medan sekaligus pembimbing I yang telah membimbing dan memberikan masukan kepada penulis.
4. Bapak Muhammad Bagas F, M.Pd., selaku Pembimbing II yang telah membimbing dan memberikan masukan kepada penulis.
5. Ibu apt. Siti Aisyah Tanjung, S.Farm., M.Farm., selaku penguji yang telah membimbing dan memberikan masukan kepada penulis.
6. Bapak/ibu dosen serta Staf pegawai di Prodi S1 Farmasi STIKes Indah Medan yang telah mendidik dan membantu penulis sampai sekarang ini.
7. Terima kasih kepada semua sahabat penulis terutama teman seperjuangan *circle* kita yaitu Eka Febriyanti, Maulida Sari, Nur Indah Nazwa Hary, Yuliana, serta seluruh teman seangkatan tanpa menyebutkan satu per satu.
8. Terimakasih juga kepada diri sendiri, yang telah berusaha keras, tetap bertahan, dan tidak menyerah meskipun menghadapi berbagai tantangan selama penyusunan skripsi ini.

Penulis mendoakan semoga kebaikan yang diberikan oleh pihak yang disebutkan di atas mendapat balasan dari Allah SWT diberikan umur panjang dan kesehatan selalu. Penulis menyadari penyusunan skripsi ini jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu penulis terbuka dalam menerima kritik dan saran yang membangun.

Medan, 25 Oktober 2025

Kamelia

DAFTAR ISI

	Halaman
JUDUL	i
HALAMAN JUDUL SKRIPSI	ii
TANDA PERSETUJUAN SKRIPSI	iii
SURAT PERNYATAAN	iv
ABSTRAK.....	v
KATA PENGANTAR.....	vi
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Hipotesis Penelitian.....	4
1.4 Tujuan Penelitian.....	4
1.5 Manfaat Penelitian.....	5
1.6 Kerangka Pikir Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 Uraian Tentang Madu	7
2.2 Manfaat Madu.....	7
2.2.1 Pencemaran madu	9
2.3 Bahan Tambahan Pangan.....	10
2.4 Pemanis Buatan.....	11
2.5 Siklamat.....	11
2.6 Spektrofotometri.....	13
2.6.1 Jenis-jenis spektrofotometri	14
2.7 Spektrofotometri UV-Vis	15
2.7.1 Instrumentasi spektrofotometri UV-Vis	17
2.7.2 Gangguan spektrofotometri UV-Vis	18

2.8 Hukum Lambert-Beer	19
2.9 Validasi Metode Analisis	22
BAB III METODE PENELITIAN	27
3.1 Rancangan Penelitian	27
3.2 Waktu dan Lokasi Penelitian	27
3.3 Alat-Alat yang digunakan.....	27
3.4 Bahan-Bahan yang digunakan	27
3.5 Pengambilan Sampel.....	27
3.6 Pembuatan Pereaksi.....	28
3.6.1 Pembuatan larutan asam sulfat pekat (H_2SO_4) 30 %	28
3.6.2 Pembuatan larutan asam klorida (HCl) 10%.....	28
3.6.3 Pembuatan larutan barium klorida (BaCl_2) 10%.....	28
3.6.4 Pembuatan larutan natrium nitrit (NaNO_2) 10%.....	28
3.6.5 Pembuatan larutan natrium hipoklorit (NaOCl)	28
3.6.6 Pembuatan larutan natrium hidroksida (NaOH) 10 N.....	29
3.6.7 Pembuatan larutan natrium hidroksida (NaOH) 0,5 N.....	29
3.7 Identifikasi Natrium Siklamat di Dalam Sampel	29
3.8 Penentuan Kadar Natrium Siklamat Pada Sampel Secara UV-Vis...	29
3.8.1 Pembuatan larutan induk baku pembanding natrium siklamat	30
3.8.2 Mencari panjang gelombang maksimum.....	30
3.8.3 Pembuatan kurva kalibrasi larutan baku natrium siklamat.....	31
3.8.4 Preparasi sampel	33
3.8.5 Penentuan kadar natrium siklamat pada sampel	33
3.9 Analisis Data Kadar Natrium Siklamat Secara Statistik.....	34
3.10 Uji Validasi Metode.....	35
3.10.1 Uji akurasi metode.....	35
3.10.2 Uji keseksamaan (<i>precision</i>)	35
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	37
4.1 Pengambilan Sampel.....	37
4.2 Identifikasi Siklamat di dalam Sampel.....	37
4.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum	38

4.4 Penentuan Kurva Kalibrasi Larutan Baku natrium Siklamat.....	39
4.5 Penetapan Kadar Siklamat di dalam Sampel	40
4.6 Penentuan Uji Akurasi Metode	42
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	45
5.1 Kesimpulan	45
5.2 Saran.....	45
DAFTAR PUSTAKA	47

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1.1 Kerangka pikir penelitian.....	6
Gambar 2.1 Struktur kimia natrium siklamat.....	12
Gambar 2.2 Alat spektrofotometri UV-Vis	17
Gambar 2.3 Skematik spektrofotometri UV-Vis	17
Gambar 2.4 Validasi Metode Menurut USP.....	22
Gambar 2.5 Validasi Metode Menurut ICH.....	23
Gambar 4.1 Kurva Panjang Gelombang Maksimum Natrium Siklamat 60 µg/ml	39
Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Baku Natrium Siklamat.....	40

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Hasil Analisa Kualitatif Secara Organoleptis	37
Tabel 4.2 Hasil Analisa Kualitatif Secara Reaksi Kimia (Uji Pengendapan)	38
Tabel 4.3 Hasil pengukuran absorbansi larutan baku natrium siklamat	40
Tabel 4.4 Kadar siklamat di dalam beberapa sampel madu	42
Tabel 4.5 Hasil uji recovery pada sampel madu tidak bermerk A.....	44

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Hasil Reaksi Identifikasi (Uji Pengendapan) Siklamat di dalam Sampel	50
Lampiran 2. Bagan kerja panjang gelombang dan kurva kalibrasi natrium Siklamat	52
Lampiran 3. Gambar penelitian	53
Lampiran 4. Perhitungan Pembuatan Larutan Baku Natrium Siklamat	54
Lampiran 5. Kurva Absorbansi Maksimum Larutan Baku Natrium Siklamat	55
Lampiran 6. Kurva Kalibrasi Larutan Baku Natrium Siklamat	56
Lampiran 7. Perhitungan Persamaan Garis Regresi Larutan Baku Natrium Siklamat	57
Lampiran 8. Hasil Pengukuran Absorbansi Sampel Madu Tidak Bermerek A	58
Lampiran 9. Hasil Pengukuran Absorbansi Sampel Madu Tidak Bermerek B	59
Lampiran 10. Hasil Pengukuran Absorbansi Sampel Madu Tidak Bermerek C	60
Lampiran 11. Hasil Pengukuran Absorbansi Sampel Madu Merk Sakinah ...	61
Lampiran 12. Hasil Pengukuran Absorbansi Sampel Madu Merek Amanah	62
Lampiran 13. Hasil Pengukuran Absorbansi Sampel Madu Merek Nusantara	63
Lampiran 14. Hasil Pengukuran Absorbansi <i>Recovery</i> Sebelum Penambahan Baku Natrium Siklamat	64
Lampiran 15. Hasil Pengukuran Absorbansi <i>Recovery</i> Setelah Penambahan Baku Natrium Siklamat	65
Lampiran 16. Contoh Perhitungan Kadar Siklamat didalam Sampel.....	66
Lampiran 17. Contoh Perhitungan Data Secara Statistik	67
Lampiran 18. Data dan Hasil Perhitungan Kadar Asam Siklamat didalam Sampel	69
Lampiran 19. Contoh Perhitungan Validasi Metode (Persen <i>Recovery</i>) Siklamat.....	71
Lampiran 20. Tabel Distribusi t.....	77

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Madu merupakan produk alam yang dihasilkan oleh lebah dari nektar berbagai bunga. Madu mengandung flavonoid, asam organik, dan senyawa fenolik yang berfungsi sebagai antioksidan alami serta antimikroba. Sebagai cairan manis, madu dihasilkan oleh lebah madu dari sari bunga (*Flora nectar*) atau bagian lain dari tumbuhan. Secara umum ada sekitar 20.000 spesies lebah (*genus Apis*) namun hanya beberapa spesies seperti *A. Mellifera*, *A. Andreniformis*, *A. Celana*, *A. Dorsata* dan lain nya yang dapat menghasilkan madu. Menurut Standar Nasional Indonesia (SNI), madu adalah cairan alami yang memiliki rasa manis dan dihasilkan oleh lebah. Sementara itu, menurut Codex Alimentarius, madu adalah zat manis yang dihasilkan oleh lebah dari nektar bunga atau sekresi tumbuhan yang dikumpulkan oleh lebah tersebut. Madu dapat mengalami perubahan bentuk dan mengandung senyawa yang dihasilkan oleh lebah, sebelum akhirnya disimpan di sarang madu untuk proses pematangan (Eka Putri et al., 2024).

Namun, di masyarakat sering ditemukan ke dalam madu ditambahkan bahan tambahan pangan berupa pemanis buatan misalnya natrium siklamat yang dapat merugikan kesehatan. Oleh sebab itu, tidak tertutup kemungkinan masyarakat menambahkan siklamat di dalam madu untuk mendapatkan rasa manis yang kemungkinan untuk pemalsuan madu. Bahan Tambahan Pangan atau yang biasa disingkat (BTP) berupa senyawa kimia, dan zat yang tidak mengandung gizi yang ditambahkan pada makanan. Tujuannya adalah untuk menjaga atau menambah cita-rasa, tekstur atau daya tarik visual produk, dan estetika dari produk. Penggunaan

BTP yang berlebihan atau terlarang dapat memiliki konsekuensi (Rita Maliza *et al.*, 2024).

Penelitian yang dilakukan oleh Badan Pengawas Obat dan Makanan (BPOM) di 195 Sekolah Dasar (SD) yang tersebar di 18 provinsi menunjukkan bahwa adanya konsumsi yang berada pada tingkat tidak aman untuk penggunaan pemanis buatan siklamat. Beberapa contoh makanan dan minuman yang mengandung natrium siklamat melebihi batas maksimum yang telah ditentukan oleh BPOM adalah es sirup, es cendol, *snack*, saus atau sambal, dan agar-agar serta makanan sehat. BPOM meneliti siklamat karena pemanis buatan ini digunakan secara tidak terbatas oleh para penjual makanan di sekolah (Musiam, Hamidah and Kumalasari, 2016).

Siklamat bersifat stabil terhadap panas, membuatnya sering dipakai dalam makanan yang diproses pada suhu tinggi termasuk pada produk makanan, minuman, dan produk olahan (misalnya madu kemasan, minuman madu, madu herbal) (Kharisma, 2025).

Untuk mengetahui keberadaan kadar natrium siklamat dalam madu, dapat dilakukan dengan beberapa metode analisis kimia, salah satu metode yang sering digunakan adalah spektrofotometri UV-Vis, yang memiliki keunggulan dalam hal sensitivitas, kemudahan, serta efisiensi waktu. Dalam metode ini, senyawa siklamat dipilih karena dapat dideteksi melalui pembentukan senyawa berwarna hasil reaksi derivatisasi yang menyerap pada daerah UV-Vis, kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang tertentu. Metode ini memungkinkan analisis kuantitatif kandungan siklamat secara cepat dan cukup akurat (Halim, 2022).

Di Indonesia penggunaan siklamat masih diperbolehkan, namun penting untuk dicatat bahwa produk metabolisme siklamat yaitu sikloheksamin, adalah senyawa yang bersifat karsinogenik. Asupan siklamat yang berlebihan dapat menyebabkan metabolisme di dalam tubuh yang menghasilkan sikloheksamin, yang dapat berpotensi menyebabkan kanker kandung kemih serta mengarah kepada atrofi, yaitu penyusutan testis dan kerusakan kromosom. Potensi karsinogenik dari siklamat muncul ketika ia terkonversi menjadi sikloheksamin di saluran pencernaan (Sarumaha, 2019).

Berdasarkan hasil penelitian terdahulu, belum banyak kajian yang secara spesifik membandingkan kadar natrium siklamat pada madu bermerk dan tidak bermerk yang beredar di masyarakat, khususnya di Desa Buluhala Kota Dumai, dengan menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Oleh karena itu, penelitian ini memiliki kebaruan (*novelty*) dalam pemilihan objek penelitian berupa madu lokal yang jarang dianalisis kandungan pemanis buaatannya, membandingkan dua jenis madu yang berbeda (bermerk dan tidak bermerk) untuk menilai keamanan konsumsinya, serta menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis sebagai alternatif yang lebih sederhana dan efisien dibandingkan metode kromatografi. Selain itu, penelitian ini juga melakukan validasi metode melalui uji akurasi dan presisi untuk memastikan keakuratan hasil pengukuran, serta memberikan kontribusi terhadap aspek keamanan pangan masyarakat melalui informasi kadar natrium siklamat pada madu yang beredar di pasaran.

Berdasarkan uraian di atas peneliti melakukan penelitian penetapan kadar natrium siklamat, secara spektrofotometri UV-Vis pada beberapa sampel madu bermerk dan tidak bermerk yang beredar di desa Buluhala kota Dumai.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan permasalahan di atas rumusan masalah dari penelitian ini yaitu:

- a. Apakah kadar siklamat di dalam madu dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis?
- b. Apakah di dalam madu bermerk dan tidak bermerk yang dijual di Desa Buluhala Kota Dumai mengandung natrium siklamat?
- c. Apakah kadar natrium siklamat di dalam madu bermerk dan tidak bermerk yang dijual di Desa Buluhala Kota Dumai memenuhi persyaratan sesuai Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 722/Menkes/Per/IX/1988 kadar siklamat yang diperbolehkan digunakan di dalam minuman maksimum 350 mg/kg?

1.3 Hipotesis Penelitian

Berdasarkan latar belakang dan permasalahan penelitian, diperoleh hipotesis sebagai berikut:

- a. Kadar siklamat di dalam madu dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis.
- b. Beberapa Sampel madu bermerk dan tidak bermerk yang terdapat di Desa Buluhala Kota Dumai mengandung natrium siklamat.
- c. Kadar natrium siklamat di dalam madu bermerk dan tidak bermerk yang dijual di Desa Buluhala Kota Dumai tidak memenuhi persyaratan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 722/Menkes/Per/IX/1988 kadar siklamat yang diperbolehkan digunakan di dalam minuman maksimum 350 mg/kg.

1.4 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan Penelitian ini adalah:

- a. Untuk mengetahui kadar siklamat di dalam madu dapat ditentukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis.
- b. Untuk mengetahui di dalam madu bermerk dan tidak bermerk yang dijual di Desa Buluhala Kota Dumai mengandung natrium siklamat.
- c. Untuk mengetahui Kadar natrium siklamat di dalam madu bermerk dan tidak bermerk yang dijual di Desa Buluhala Kota Dumai memenuhi persyaratan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 722/Menkes/Per/IX/1988 kadar siklamat yang diperbolehkan digunakan di dalam minuman maksimum 350 mg/kg.

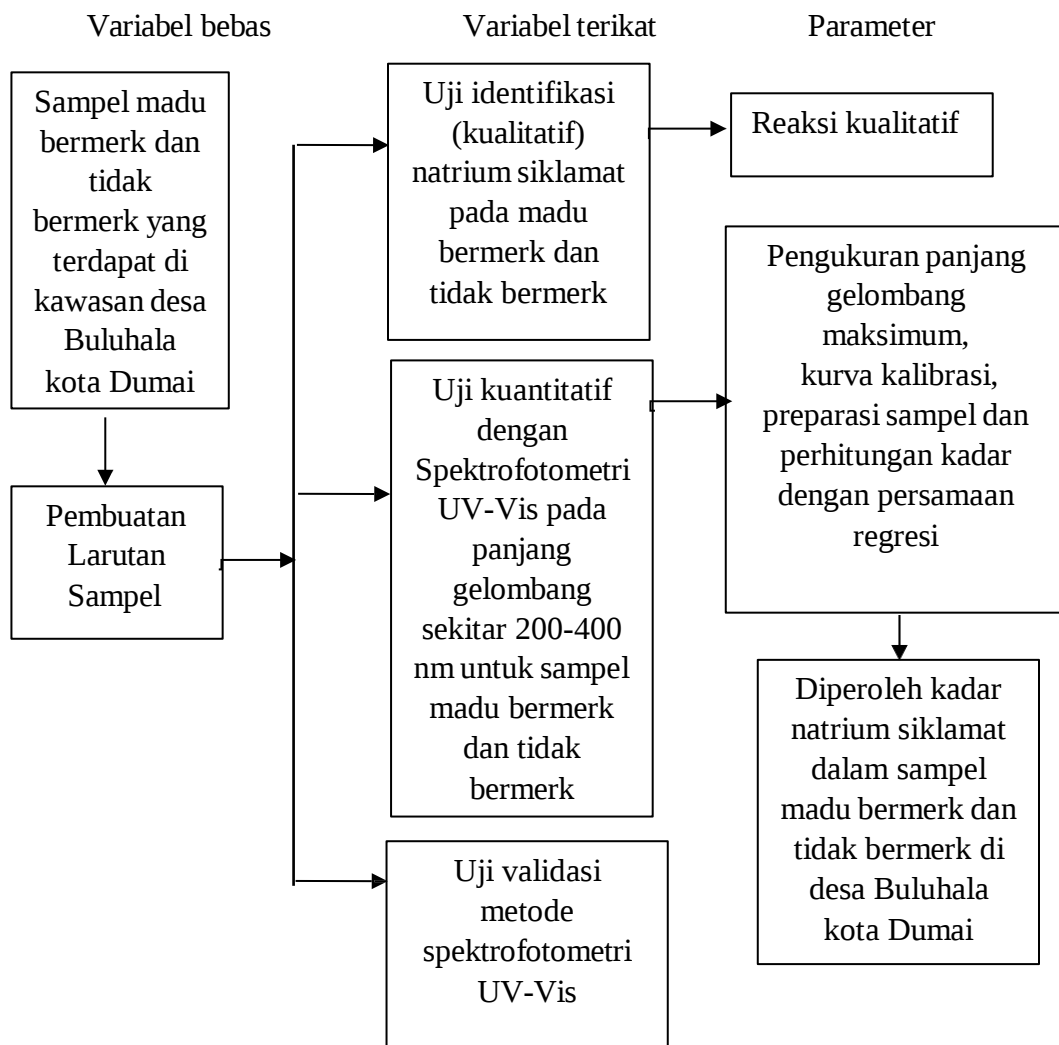
1.5 Manfaat Penelitian

Adapun manfaat penelitian ini adalah:

- a. Penelitian ini diharapkan dapat digunakan sebagai bahan informasi kepada masyarakat tentang kandungan natrium siklamat di dalam madu bermerk dan tidak bermerk.
- b. Penelitian ini dapat menjadi dasar bagi berbagai industri untuk lebih transparan dan bertanggung jawab dalam produksi dan perabelan produk madu, serta mendorong produsen untuk mematuhi peraturan perundang-undangan terkait penggunaan bahan tambahan pangan.
- c. Dengan ada nya data mengenai kandungan natrium siklamat dalam madu bermerk dan tidak bermerk, masyarakat dapat lebih waspada terhadap potensi kecurangan pada produk pangan alami.

1.6 Kerangka Pikir Penelitian

Penelitian ini dilakukan dengan kerangka pikir seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.1 sebagai berikut:



Gambar 1.1 Kerangka pikir penelitian

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Uraian Tentang Madu

Madu adalah salah satu jenis makanan yang manis dan kental, dengan warna yang berkisar dari emas hingga coklat tua. Kandungan gulanya tinggi berasal dari fruktosa dan glukosa, sehingga tidak memerlukan tambahan pemanis lain untuk meningkatkan cita rasa, sementara lemaknya rendah. Pertama lebah mengumpulkan nektar dari bunga untuk menghasilkan madu. Nektar ini bisa berasal dari satu jenis tanaman (monoflora) atau berbagai jenis tanaman (multiflora). Zat-zat yang terdapat dalam madu bermanfaat untuk kesehatan (Sindi *et al.*, 2022).

Madu kaya akan nutrisi dan dapat digunakan sebagai salah satu metode penyembuhan tradisional. Karena karakteristik rasa manisnya yang khas dan alami, madu kerap dibandingkan dengan pemanis lain, baik dari alam maupun hasil sintesis. Dalam konteks pengawasan mutu pangan, penting untuk memahami perbedaan sifat kimia dan kandungan zat antara madu murni atau madu kemasan dengan madu tidak bermerk yang sering beredar di pasaran. Dengan mempertimbangkan kandungan alami madu yang kompleks dan bermanfaat (Ansyarif, 2018).

2.2 Manfaat Madu

Madu memiliki sejumlah sifat yang bermanfaat dalam penyembuhan luka. Beberapa di antaranya adalah kemampuannya untuk mengurangi peradangan, melawan bakteri, menangkal radikal bebas, mempercepat proses pembersihan jaringan mati (debridement), mengurangi bau tidak sedap pada luka, dan menjaga

kelembapan area luka semuanya berkontribusi terhadap proses penyembuhan yang lebih efisien.

a. Sifat antiinflamasi

Sejak zaman kuno, madu telah dimanfaatkan sebagai zat untuk meredakan peradangan. Secara klinis, madu terbukti mampu menurunkan pembengkakan dan eksudasi pada luka, mengurangi pembentukan jaringan parut, serta mengurangi rasa nyeri pada luka bakar maupun luka lainnya.

b. Sifat antibakterial

Efektivitas madu sebagai agen antibakteri dalam terapi luka telah didemonstrasikan oleh berbagai studi. Aktivitas antibakterinya berkaitan erat dengan kandungan senyawa fitokimia yang ada di dalamnya. Khususnya, madu manuka menunjukkan aktivitas antimikroba yang lebih kuat dibandingkan dengan jenis madu lainnya.

c. Aktivitas antioksidan

Kemampuan madu dalam bertindak sebagai antioksidan diyakini memiliki hubungan yang erat dengan fungsinya dalam mengurangi peradangan, Radikal bebas yang berasal dari oksigen. Dalam madu, terdapat berbagai macam senyawa yang memiliki kemampuan sebagai antioksidan, di antara nya adalah flavonoid, senyawa monofenol, polifenol, serta vitamin C.

d. Kemampuan menstimulasi proses pengangkatan jaringan mati/debridemen

Peran madu dalam mendukung proses pembersihan jaringan mati, atau yang dikenal dengan istilah debridemen, berkaitan erat dengan sifat antiinflamasi yang dimilikinya. Pada luka yang kronis, sering kali di temukan keberadaan slough, yaitu suatu lapisan yang menutupi dasar luka dan terbentuk dari akumulasi berbagai

komponen seperti jaringan yang mengalami nekrosis, sel darah putih yang telah mati, bakteri yang tidak aktif lagi, serta jaringan ikat.

e. Mengurangi bau tidak sedap pada luka

Salah satu dugaan mekanisme bagaimana madu mampu menghilangkan bau yang tidak menyenangkan dari luka berkaitan dengan kandungan glukosa yang cukup tinggi di dalamnya, yang justru menjadi substrat pilihan bagi bakteri. Ketika madu diaplikasikan sebagai balutan pada luka, bakteri lebih cenderung memanfaatkan glukosa yang tersedia dalam madu sebagai sumber utama. Akibatnya, produk akhir yang dihasilkan dari metabolisme tersebut berubah, yaitu menjadi asam laktat, bukan senyawa berbau. Hal ini menjadikan lingkungan luka menjadi kurang berbau dan lebih bersih (Alhuda, 2024).

f. Imunomodulasi

Kemampuan madu dalam mengontrol infeksi tidak semata-mata bergantung pada sifat antibakterialnya, melainkan juga didukung oleh kemampuan nya memodulasi sistem kekebalan tubuh. Efek ini dikenal sebagai efek imunomodulasi. Selain itu, luka yang dirawat dengan madu juga tetap bebas dari kontaminasi bakteri meskipun tidak diberikan agen mikroba lainnya, yang menunjukkan bahwa madu berkontribusi terhadap keseimbangan sistem imun dalam mengelola luka (Wahyuningsih, 2021).

2.2.1 Pencemaran madu

Meskipun sejak abad ke-19 peran madu telah tergantikan oleh gula dari tebu, madu masih tetap digunakan dalam pembuatan kue dan berbagai makanan lainnya. Oleh karena itu, penting untuk memastikan bahwa madu bebas dari semua kontaminasi yang dapat membahayakan manusia, terutama logam berat. Beberapa

faktor yang dapat mempengaruhi kualitas madu murni antara lain adalah pengolahan pasca panen. Salah satu sifat madu adalah korosif yaitu yang dapat melarutkan logam, sehingga tidak disarankan untuk menyimpan madu dalam wadah berbahan logam. Hal ini dapat berdampak signifikan terhadap keberadaan kontaminasi logam dalam madu. Sumber pencemaran logam berat dapat berasal dari alam (seperti air, tanah, dan udara), industri dan transportasi. Selain itu, pencemaran juga dapat disebabkan oleh penggunaan insektisida, emisi gas dari kendaraan bermotor di area pertanian, air yang terkontaminasi logam yang mengalir di lahan, serta cara penyimpanan dan alat-alat yang terbuat dari logam. Karena timbal balik tidak ditemukan dalam keadaan bebas di alam, ia biasanya terdapat sebagai biji mineral bersama logam lain seperti seng, perak, dan tembaga. Oleh karena itu, pemerintah telah menetapkan batas maksimum kontaminasi logam dalam madu sesuai dengan SNI 01- 3545 tahun 2004 yaitu untuk timbal (Pb) adalah 1,0 mg/kg (Abdullah & Dewi, 2019).

2.3 Bahan Tambahan Pangan

Bahan Tambahan Pangan atau BTP dapat berasal dari sumber alami (misalnya ekstrak tumbuhan, enzim, atau bahan hewani, maupun buatan). BTP sengaja ditambahkan ke dalam pangan untuk tujuan teknologis dalam pembuatan, pengolahan, perlakuan, pengepakan, pengemasan, penyimpanan, atau pengangkutan pangan, dengan harapan dapat menghasilkan atau mempengaruhi sifat pangan tersebut, baik secara langsung maupun tidak langsung, serta BTP tidak termasuk cemaran. Tidak semua BTP alami aman, dan tidak semua BTP sintesis berbahaya keamanan bergantung pada jenis, dosis, dan cara penggunaan. Jenis-jenis BTP berdasarkan fungsi nya yaitu pemanis, pewarna, pengawet, antioksidan,

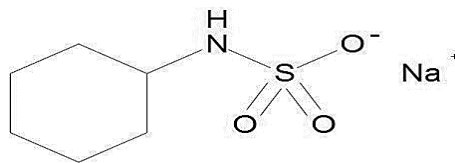
dan pengatur keasaman, penstabil, pengental, pengemulsi, peningkat rasa, dan pemutih. Salah satu BTP yang sering digunakan dalam produk pangan adalah pemanis yang penggunaannya perlu diperhatikan secara ketat mengingat potensi dampaknya terhadap kesehatan jika melebihi batas aman (Puspawiningtyas, 2017).

2.4 Pemanis Buatan

Berdasarkan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 722/Menkes/Per/IX/1988 tentang persyaratan penggunaan bahan tambahan pangan, pada pemanis buatan dalam produk pangan hanya diperbolehkan dalam batas tertentu yaitu 350 mg/kg., pemanis buatan adalah bahan tambahan pangan yang dapat menyebabkan rasa manis pada produk pangan yang tidak atau sedikit mempunyai nilai gizi atau kalori. Pemanis sering ditambahkan dan digunakan untuk keperluan produk pengolahan pangan, industri, serta minuman dan makanan kesehatan (seperti susu, madu kemasan, yogurt). Beberapa jenis yang umum digunakan yaitu sakarin, aspartam, siklamat, sukrosa (Novitasari, Rahma dan Puspitasary, 2019).

2.5 Siklamat

Siklamat pertama kali ditemukan dengan tidak sengaja oleh Michael Sveda pada tahun 1937. Sejak tahun 1950 siklamat ditambahkan ke dalam pangan dan minuman. Siklamat biasanya tersedia dalam bentuk garam natrium dari asam siklamat dengan rumus molekul $C_6H_{12}NNaO_3S$. Nama lain dari siklamat adalah natrium sikloheksilsulfamat atau natrium siklamat. Dalam perdagangan, siklamat dikenal dengan nama assugrin, sucaryl, atau sucrosa. Adapun struktur kimianya dapat dilihat pada gambar 2.1 berikut.



Gambar 2.1 Struktur kimia natrium siklamat

Siklamat bersifat mudah larut dalam air dan intensitas kemanisannya kurang lebih 30 kali kemanisan sukrosa. Meskipun memiliki tingkat kemanisan yang tinggi dan rasanya enak (tanpa rasa pahit), tetapi siklamat dapat membahayakan kesehatan. Penelitian yang lebih baru menunjukkan bahwa siklamat dapat menyebabkan atrofi, yaitu terjadinya pengecilan testikular dan kerusakan kromosom (Hadiana, 2018).

Adanya peraturan bahwa penggunaan siklamat dan sakarin masih diperbolehkan, serta kemudahan mendapatkannya dengan harga yang relatif murah dibandingkan dengan gula alami. Hal tersebut menyebabkan produsen pangan dan minuman terdorong untuk menggunakan kedua jenis pemanis buatan tersebut di dalam produk. Meskipun natrium siklamat diperbolehkan dalam beberapa jenis pangan dengan batas maksimum tertentu, seperti tercantum dalam Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia tidak disebutkan secara eksplisit bahwa madu termasuk dalam kategori pangan yang dapat mengandung pemanis buatan. Hal ini disebabkan karena madu secara alami sudah memiliki rasa manis dari gula alaminya, sehingga tidak memerlukan penambahan pemanis buatan. Oleh karena itu, penambahan natrium siklamat dalam madu dapat dianggap sebagai bentuk penyimpangan dari standar mutu dan keaslian produk, meskipun tidak secara langsung tercantum dalam larangan. Sebagai produk alami, keberadaan zat tambahan buatan dalam madu perlu dicermati karena berpotensi menurunkan

kualitas serta menimbulkan risiko terhadap konsumen yang mengharapkan produk tanpa tambahan sintetis (Cahyadi, 2023).

2.6 Spektrofotometri

Spektrofotometer adalah alat yang terdiri dari spektrometer dan fotometer. Spektrometer menghasilkan sinar dari spektrum dengan panjang gelombang tertentu dan fotometer adalah alat pengukur intensitas cahaya yang ditransmisikan atau yang diabsorpsi. Jadi spektrofotometer digunakan untuk mengukur energi secara relatif jika energi tersebut ditransmisikan, direfleksikan atau diemisikan sebagai fungsi dari panjang gelombang. Salah satu peranan utama spektrofotometri dalam penilaian kualitas pangan adalah analisis kandungan nutrisi. Teknik ini dapat digunakan untuk menganalisis kadar protein, lemak, karbohidrat, vitamin, mineral, dan senyawa bioaktif lainnya dalam produk pangan (Pertiwi, 2016).

Informasi ini sangat penting untuk memastikan nilai gizi yang optimal dan membantu konsumen dalam memilih produk pangan yang sesuai dengan kebutuhan gizi mereka. Selain itu, spektrofotometri juga berperan penting dalam memastikan keamanan pangan. Teknik ini dapat digunakan untuk menganalisis kontaminan seperti logam berat, residu pestisida, mikotoksin, dan bahan kimia berbahaya lainnya. Analisis ini membantu memastikan bahwa produk pangan bebas dari kontaminan yang dapat membahayakan kesehatan konsumen. Spektrofotometri juga memainkan peranan penting dalam penilaian sifat sensorik produk pangan. Teknik ini dapat digunakan untuk menganalisis pigmen seperti klorofil, karotenoid, dan antosianin, yang berkontribusi pada warna dan penampilan produk pangan.

Analisis senyawa volatil juga dapat dilakukan menggunakan spektrofotometri, yang berkaitan dengan aroma dan rasa produk pangan. Di

samping itu, spektrofotometri juga digunakan dalam analisis aktivitas antioksidan, senyawa fenolik, dan senyawa bioaktif lainnya dalam produk pangan. Analisis ini penting untuk memastikan kualitas fungsional produk pangan dan manfaatnya bagi kesehatan. Teknik ini telah digunakan secara luas dalam industri pangan dan menjadi metode analisis yang sangat berharga dalam penilaian kualitas pangan (Sunandar, 2024).

2.6.1 Jenis-jenis spektrofotometri

Jenis-jenis spektrofotometer ada empat jenis jika dilihat dari segi sumber cahaya yang digunakan, yaitu:

- a. Spektrofotometri tampak adalah metode analisis yang kuat yang mengukur bagaimana zat menyerap, mengirimkan, atau memantulkan cahaya dalam wilayah spektrum elektromagnetik yang tampak, biasanya berkisar antara sekitar 400 hingga 700 nm (Ferreira et al., 2021).
- b. Spektrofotometri UV merupakan salah satu teknik yang paling sering digunakan dalam analisis farmasi. Teknik ini melibatkan pengukuran jumlah radiasi ultraviolet atau tampak yang diserap oleh suatu zat dalam larutan. Instrumen yang mengukur rasio, atau fungsi rasio, intensitas dua berkas cahaya dalam wilayah UV disebut spektrofotometer UV. Sinar UV memiliki panjang gelombang kisaran antara 190-380 nm (Lestari, 2024).
- c. Spektrofotometri UV-Vis ini merupakan metode pengukuran jumlah radiasi ultraviolet tampak yang diserap oleh senyawa sebagai fungsi panjang gelombang radiasi. Sinar UV-Vis memiliki panjang gelombang 200 nm hingga 800 nm. Kelemahan metode ini adalah dapat digunakan baik untuk sampel berwarna dan juga sampel tidak berwarna. Cahaya yang tampak atau cahaya

yang dilihat dalam kehidupan sehari-hari disebut warna komplementer. Spektrofotometer UV-Vis adalah instrumen analitik yang digunakan untuk mengukur yang menggabungkan jenis Spektrofotometer Vis (Visible) dan Spektrofotometer UV (Ultra Violet), yang artinya terdapat dua jenis sumber cahaya berbeda (Wahyuni, 2022).

- d. *Infra Red* spektrofotometri yang sering disebut juga spektrofotometer IR (Infra Red), berbeda dengan ketiga jenis spektrofotometer sebelumnya, jenis spektrofotometer infra red ini didasarkan pada penyerapan panjang gelombang infra merah. Hasil analisa yang didapat biasanya berupa signal kromatogram hubungan intensitas infra merah terhadap panjang gelombang. Proses identifikasi dilakukan dengan cara membandingkan antara signal sample dengan signal standar (blank). Spektrofotometri ini berdasarkan pada penyerapan panjang gelombang inframerah. Cahaya inframerah, terbagi menjadi inframerah dekat, pertengahan dan jauh. Inframerah pada spektrofotometer adalah inframerah jauh dan pertengahannya yang mempunyai panjang gelombang 2,5-1000 mikrometer. Hasil analisis biasanya berupa 9 signal kromatogram hubungan intensitas IR terhadap panjang gelombang (Fatimah, 2023).

2.7 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometer UV-Vis adalah spektrofotometri gabungan antara spektrofotometer ultraviolet dan visible. spektrofotometer UV-Vis digunakan dalam analisis kuantitatif. Metode ini digunakan pada sampel berwarna maupun tidak berwarna, Jangkauan panjang gelombang untuk daerah UV adalah 200-400 nm, dan jangkauan panjang gelombang untuk daerah Visible adalah 400-800 nm. Output

yang dihasilkan berupa absorbansi proposional terhadap konsentrasi absorban, dan tidak semua molekul dapat diserap radiasi UV (Dachriyanus, 2014).

Metode spektrofotometri UV-Vis dipakai untuk analisis molekul-molekul yang strukturnya terdapat ikatan rangkap terkonjugasi atau mengandung kromofor dan auksokrom. Kromofor merupakan semua gugus atau atom dalam senyawa organik yang mampu menyerap sinar ultraviolet dan sinar tampak. panjang gelombang maksimum juga dipengaruhi oleh pelarut dan struktur molekul kimia yang mengandung kromofor, pada molekul organik dikenal pula istilah auksokrom yang merupakan gugus fungsional yang mempunyai elektron bebas, terikatnya gugus auksokrom pada gugus kromofor akan mengakibatkan pergeseran pita absorpsi menuju panjang gelombang yang lebih besar (pergeseran batokromik) disertai peningkatan intensitas (pergeseran hiperkromik) (Gholib Gandjar and Rohman, 2018).

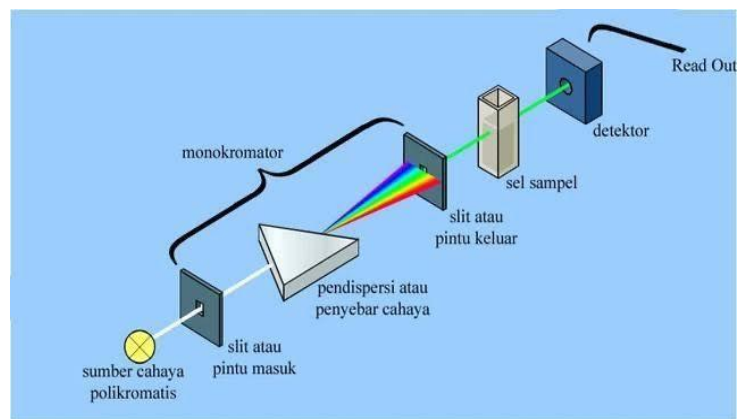
Jenis spektrofotometer UV-Vis terbagi menjadi dua yaitu spektrofotometer UV-Vis single beam (berkas tunggal) yang terdiri dari satu berkas sinar yang dilewatkan melalui kuvet dan spektrofotometer UV-Vis double beam. Spektrofotometer UV-Vis double beam memiliki sumber sinar yang terbagi menjadi dua berkas cermin yaitu berkas pertama dari kuvet berisi blanko dan berkas kedua yang berisi larutan standar atau larutan sampel. Berikut adalah alat spektrofotometri UV-Vis pada gambar 2.2 di bawah ini:



Gambar 2.2 Alat spektrofotometri UV-Vis

2.7.1 Instrumentasi spektrofotometri UV-Vis

Alat spektrofotometri UV-Vis terdiri dari rangkaian dalam diagram skematik gambar 2.3 berikut:



Gambar 2.3 Skematik spektrofotometri UV-Vis

Adapun penjelasan dari keterangan diatas yaitu sebagai berikut:

- Sumber Sinar Alat ini memiliki dua fungsi yaitu untuk memberikan energi pada daerah panjang gelombang sesuai keinginan pengukuran dan mempertahankan intensitas sinar yang konstan selama pengukuran. Alat ini menggunakan dua kombinasi sinar yaitu sinar tampak dan sinar ultra violet yang mana sinar tampak menggunakan lampu wolfram (320-2500 nm) serta lampu hydrogen atau deuterium (160-375 nm).
- Monokromator adalah komponen yang digunakan untuk mengubah sinar polikromatis menjadi monokromatis.

- c. Kuvet (sel) merupakan tempat penyimpanan sampel yang akan diukur serapannya. Kuvet diletakkan pada jalan cahaya dari monokromator.
- d. Detektor fungsinya sebagai pengubah energi cahaya menjadi energi listrik, energi cahaya yang ditransmisikan jatuh mengenai suatu besaran yang terukur.
- e. Amplifier Sinyal listrik yang dihasilkan sangat lemah sehingga dibutuhkan amplifier agar sinyal dapat diukur. Amplifier ini berfungsi untuk menangkap isyarat masuk (input) dari rangkaian detektor dan melalui beberapa proses elektronik tertentu sehingga dapat menghasilkan suatu isyarat keluar (output) yang beberapa kali lebih besar dari isyarat masuk (input).
- f. *Record* dan komputer berfungsi untuk membaca sinyal listrik yang dihasilkan pada detektor serta telah diperkuat arusnya oleh amplifier agar di konversikan ke dalam besaran absorbansi atau % transmitan (Skoog, 2014).

2.7.2 Gangguan spektrofotometri UV-Vis

Gangguan pada spektrofotometri UV-Vis secara luas dapat dikategorikan menjadi beberapa kelompok yaitu:

a. Interferensi Kimia

Interferensi kimia terjadi apabila terdapat senyawa lain dalam matriks sampel yang mampu bereaksi dengan komponen analit atau reagen yang digunakan dalam analisis. Reaksi ini dapat menyebabkan pembentukan kompleks baru yang memiliki karakteristik serapan berbeda dibandingkan dengan senyawa target. Selain itu, reaksi yang tidak diinginkan juga dapat mengubah warna larutan, sehingga sinyal serapan yang terbaca tidak lagi mencerminkan keberadaan atau konsentrasi analit secara akurat.

b. Interferensi Fisik

Gangguan fisik dalam spektrofotometri biasanya berasal dari kondisi fisik larutan yang tidak ideal, contohnya adalah larutan yang tampak keruh, mengandung partikel tersuspensi, atau memiliki warna alami yang cukup kuat. Partikel atau kekeruhan ini dapat menyebabkan hamburan cahaya (scattering), yang pada gilirannya mengganggu proses penyerapan cahaya oleh larutan. Selain itu, endapan atau gelembung udara yang terdapat dalam kuvet juga dapat menimbulkan deviasi sinyal.

c. Interferensi Spektral

Gangguan spektral terjadi ketika dua atau lebih senyawa dalam larutan memiliki spektrum serapan yang tumpang tindih pada panjang gelombang yang sama atau berdekatan. Dalam kondisi seperti ini, spektrofotometer tidak dapat membedakan sinyal serapan masing-masing senyawa, sehingga sinyal yang terbaca merupakan gabungan dari beberapa komponen.

d. Interferensi Instrumen

Gangguan dari sisi alat dapat muncul akibat kondisi komponen instrumen yang tidak optimal. Beberapa faktor yang umum adalah sumber cahaya yang tidak stabil, lensa atau kuvet yang kotor atau tergores, serta detektor yang kurang sensitif atau sudah mengalami penurunan performa. Selain itu, kesalahan dalam memilih panjang gelombang pengukuran juga dapat mengarah pada hasil analisis yang tidak akurat (Mark F. Vitha, 2018).

2.8 Hukum Lambert-Beer

Dasar penetapan kadar secara spektrofotometri adalah adanya hubungan linier antara cahaya yang diserap dengan bahan yang menyerap (Hukum Lambert–

Beer). Kurva kalibrasi dibuat dengan berbagai konsentrasi larutan baku. Kenaikan kadar larutan baku harus linier atau berbanding lurus dengan kenaikan serapan. Hukum Lambert–Beer merupakan gabungan antara 2 hukum yaitu Hukum Lambert dan Hukum Beer yang menetapkan hubungan antara intensitas cahaya yang masuk dengan intensitas cahaya yang keluar merupakan fungsi dari tebal dan konsentrasi larutan.

Menurut Hukum Lambert, bila suatu cahaya monokromatis masuk ke dalam larutan setebal b (tebal medium) maka sebagian energi akan diserap oleh molekul–molekul dalam larutan. Berkurangnya intensitas cahaya berbanding lurus dengan tebalnya sel. Sedangkan menurut Hukum Beer, berkurangnya intensitas cahaya berbanding lurus dengan konsentrasi bahan dengan larutan.

Menurut Hukum Lambert–Beer :

“Jumlah sinar yang diserap atau diteruskan dari suatu larutan adalah merupakan suatu fungsi eksponensial dari konsentrasi larutan dan tebal larutan yang dilalui sinar” (Day and Underwood, 2002), sehingga didapat beberapa persamaan

$$A = a \times b \times c$$

Keterangan : A : Absorbansi

A_1^1 : Absorbtivitas

b : Tebal sel (umumnya 1 cm)

c : Konsentrasi zat (gram/liter)

$$A = \epsilon \times b \times c$$

Keterangan : A : Absorbansi

b : Tebal sel (umumnya 1 cm)

ϵ : Absorbtivitas molar c : Konsentrasi zat (mol/liter)

Absorbtivitas molar pada panjang gelombang dan pelarut tertentu untuk setiap senyawa merupakan tetapan senyawa dan sesuai dengan ekstingsi larutan 1 molar dengan ketebalan lapisan 1 cm, bila absorbtivitas molar tidak diketahui maka absorbtivitas spesifik dapat digunakan sebagai pengganti sehingga diperoleh:

$$A = A_1^1 \times b \times c$$

Keterangan : A : Absorbansi yang harganya antara 0,2 – 0,6 = logaritma dasar 10 dari kebalikan Transmittan

A_1^1 : Absorbtivitas spesifik (1%, 1cm) adalah serapan dari larutan 1% zat terlarut di dalam sel dengan ketebalan 1 cm

b : Tebal sel (umumnya 1 cm)

c : Konsentrasi zat (gram/100ml)

Harga Absorbtivitas spesifik pada suatu panjang gelombang tertentu dalam suatu pelarut merupakan sifat dari zat terlarut. Daya serap molar (ϵ) merupakan hasil bagi serapan (A) dengan kadar zat, dinyatakan dalam mol/liter, dan panjang serapan dalam cm.

Hukum Beer tidak menunjukkan adanya pengaruh suhu, panjang gelombang, atau jenis pelarut, untuk sebagian besar analisis pengaruh variasi suhu yang normal dapat diabaikan. Penyimpangan dari hukum Beer dapat disebabkan dari variabel kimia atau instrumen, dan kegagalan hukum Beer dapat disebabkan oleh perubahan kadar molekul. Apabila sinar mengenai suatu larutan, mungkin terjadi berbagai keadaan, yaitu :

1. Terjadinya sedikit absorpsi maka hanya sedikit energi yang hilang dari

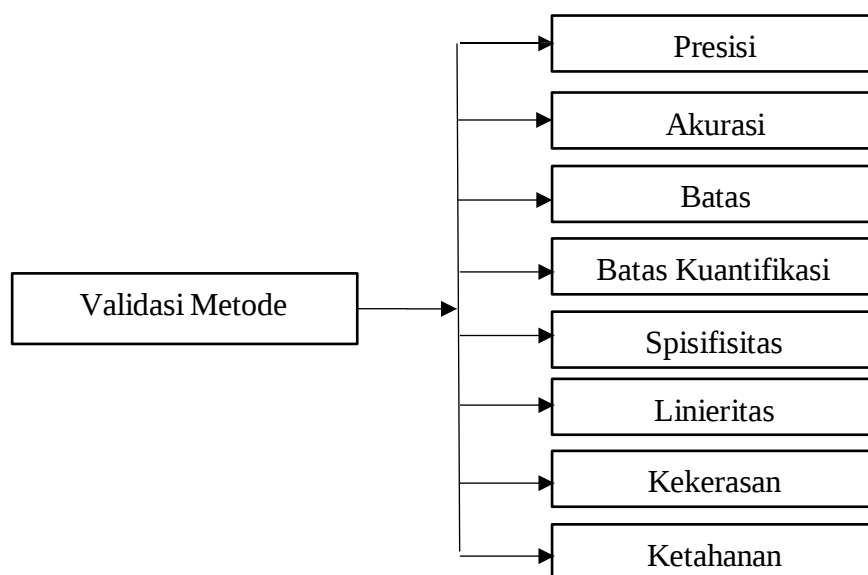
cahaya

2. Arah cahaya mengalami perubahan yang dapat berupa refleksi, dibiaskan (refraksi), atau difraksi. Penghamburan bisa juga terjadi jika zat berupa suspensi karena adanya partikel-partikel zat yang tidak larut.
3. Energi cahaya diserap sebagian atau seluruhnya. Absorpsi ini menyebabkan adanya perubahan, perpindahan tenaga ke medium, dan proses absorpsi adalah fenomena yang spesifik dan berhubungan erat dengan struktur molekul. Jadi dengan adanya absorpsi ini maka intensitas cahaya yang diteruskan (yang keluar) akan berkurang (Hutomo, 2016).

2.9 Validasi Metode Analisis

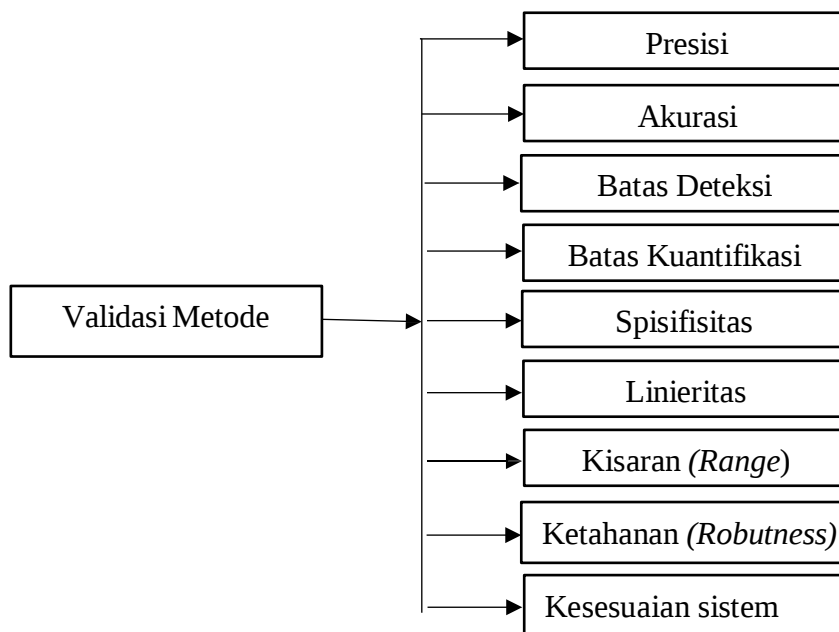
Validasi metode analisis adalah satu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya.

Menurut USP (*United States Pharmacopeia*) ada 8 langkah dalam validasi metode analisis yaitu:



Gambar 2.4 Validasi Metode Menurut USP

Menurut ICH (*International Conference on Harmonization*) ada beberapa parameter validasi metode yang sedikit berbeda dengan USP yaitu :



Gambar 2.5 Validasi Metode Menurut ICH

Adapun validasi metode dari kedua gambar di atas terdiri dari sebagai berikut:

a. Kecermatan (*accuracy*)

Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya. Kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan ditentukan dengan dua cara yaitu (Tang, 2018).

i. Metode simulasi (*spiked-placebo recovery*)

Dalam metode simulasi, sejumlah analit bahan murni ditambahkan ke dalam campuran bahan pembawa sediaan farmasi (*plasebo*) lalu campuran tersebut dianalisis dan hasilnya dibandingkan dengan kadar analit yang

ditambahkan (kadar yang sebenarnya).

ii. Metode penambahan bahan baku (*standard addition method*)

Dalam metode penambahan bahan baku, sampel dianalisis lalu sejumlah tertentu analit yang diperiksa ditambahkan kedalam sampel dicampur dan dianalisis lagi. Selisih kedua hasil dibandingkan dengan kadar yang sebenarnya (hasil yang diharapkan).

b. Keseksamaan (*precision*)

Keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosuder diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran yang homogen (Gandjar, 2007). Presisi mencakup: simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV), dan kisaran kepercayaan. Presisi seringkali diekspresikan dengan standar deviasi (SD) atau relatif standar deviasi (RSD) dari serangkaian data hasil percobaan. Pada kadar 1% atau lebih standar deviasi relatif adalah sekitar 2,5%, pada kadar satu perseribu RSDnya adalah 5%, pada kadar satu per sejuta (ppm) RSDnya adalah 16%, pada kadar part perbillion (ppb) RSDnya adalah 32%, secara umum relatif standar deviasi (RSD) harus lebih kecil dari 2%

Untuk menghitung SD menggunakan rumus $SD = \frac{\sqrt{\sum(x-x)^2}}{n-1}$

Nilai RSD dihitung dengan menggunakan rumus :

$$(RSD) = \frac{\text{Standar deviasi}}{\text{persen recovery rata-rata}} \times 100\%$$

c. Spesifisitasi

Spesifisitas adalah kemampuan untuk mengukur analit yang dituju secara

tepat dan spesifik dengan adanya komponen-komponen lain dalam matriks sampel seperti ketidak murnian, produk degradasi, dan komponen matriks.

d. Linieritas

Linieritas merupakan kemampuan suatu metode untuk memperoleh hasil-hasil uji yang secara langsung proporsional dengan konsentrasi analit pada kisaran yang diberikan. Linieritas suatu metode merupakan ukuran seberapa baik kurva kalibrasi yang menghubungkan antara respon (y) dengan konsentrasi (x).

e. Kisaran (*range*)

Kisaran suatu metode didefinisikan sebagai konsentrasi terendah dan tertinggi yang mana suatu metode analisis menunjukkan akurasi, presisi, dan linieritas yang mencukupi. Kisaran-kisaran konsentrasi yang diuji tergantung pada jenis metode dan kegunaannya.

f. Kekasaran (*Ruggedness*)

Kekasaran (*Ruggedness*) merupakan tingkat reproduibilitas hasil yang diperoleh dibawah kondisi yang bermacam-macam yang diekspresikan sebagai persen standar deviasi relatif (% RSD). Kondisi-kondisi ini meliputi laboratorium, analis, alat, reagen, dan waktu percobaan yang berbeda.

g. Ketahanan (*Robutness*)

Ketahanan merupakan kapasitas metode untuk tetap tidak terpengaruh oleh adanya variasi parameter metode yang kecil. Ketahanan dievaluasi dengan melakukan variasi parameter-parameter metode seperti persentase pelarut organik, pH, kekuatan ionik, dan suhu.

h. Stabilitas

Untuk memperoleh hasil-hasil analisis yang reproduibel dan reliabel, maka

sampel, reagen dan baku yang digunakan harus stabil pada waktu tertentu.

i. Kesesuaian Sistem

Sebelum melakukan analisis, seorang analis harus memastikan bahwa sistem dan prosedur yang digunakan harus mampu memberikan data dapat diterima. Kesesuaian sistem didefinisikan sebagai serangkaian uji untuk menjamin bahwa metode tersebut dapat menghasilkan akurasi dan presisi yang dapat diterima

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian ini bersifat deskriptif yaitu menggambarkan adanya siklamat di dalam sampel madu bermerk dan tidak bermerk di Desa Buluhala Kota Dumai, menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis.

3.2 Waktu dan Lokasi Penelitian

Penelitian di lakukan pada bulan juni sampai september 2025 di Laboratorium Kimia bahan makanan, Laboratorium Instrumen dan Laboratorium Penelitian Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Indah Medan.

3.3 Alat-Alat yang digunakan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas laboratorium, cawan porselin, corong pisah, *hotplate*, kertas saring, lemari pendingin, penangas air, pipet tetes, pipet volume, spektrofotometri sinar tampak, timbangan analitik.

3.4 Bahan-Bahan yang digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah akuades (H_2O), asam klorida (HCl), asam sulfat pekat (H_2SO_4), barium klorida ($BaCl_2$), etil asetat ($C_4H_8O_2$), madu bermerk dan tidak bermerk di Desa Buluhala Kota Dumai, dan natrium hipoklorit (NaOCI), natrium hidroksida (NaOH), natrium nitrit ($NaNO_2$), natrium siklamat baku ($C_6H_{12}NNaO_3S$), dan sikloheksana (C_6H_{12}).

3.5 Pengambilan Sampel

Pengambilan sampel dilakukan dengan memilih beberapa merk madu kemasan dan madu yang tidak ada kemasan yang beredar di kawasan Desa Buluhala

Kota Dumai, jumlah sampel yang digunakan sebanyak 3 sampel madu bermerk dan 3 madu tidak bermerk.

3.6 Pembuatan Perekasi

3.6.1 Pembuatan larutan asam sulfat pekat (H_2SO_4) 30 %

Dipipet H_2SO_4 pekat (98%) sebanyak 30,6 ml ke dalam gelas kimia berisi sebagian akuades. Larutan diaduk perlahan hingga homogen, kemudian diencerkan dengan akuades kedalam labu tentukur sampai diperoleh 100 ml.

3.6.2 Pembuatan larutan asam klorida (HCl) 10%

Dipipet sebanyak 27 ml HCl pekat (37%) ke dalam gelas kimia berisi sebagian akuades. Larutan diaduk perlahan hingga homogen, kemudian diencerkan dengan akuades kedalam labu tentukur sampai diperoleh 100 ml.

3.6.3 Pembuatan larutan barium klorida (BaCl_2) 10%

Ditimbang sebanyak 10 gram BaCl_2 padat, kemudian dilarutkan dalam akuades. Larutan dipindahkan ke dalam labu tentukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga diperoleh 100 mL.

3.6.4 Pembuatan larutan natrium nitrit (NaNO_2) 10%

Ditimbang sebanyak 10 gram NaNO_2 padat, dilarutkan dalam sebagian akuades, lalu dimasukkan ke labu tentukur 100 mL. Ditambahkan akuades sampai diperoleh 100 mL.

3.6.5 Pembuatan larutan natrium hipoklorit (NaOCl)

Dipipet Larutan stok laboratorium NaOCl 10% sebanyak 5 ml tanpa pengenceran, atau sesuai kebutuhan volume yang diinginkan. Larutan ini disimpan dalam botol kaca gelap karena sensitif terhadap cahaya dan suhu.

3.6.6 Pembuatan larutan natrium hidroksida (NaOH) 10 N

Ditimbang NaOH padat 40 g, dilarutkan dalam sebagian akuades, kemudian dimasukkan ke dalam labu tentukur 100 mL, ditambahkan akuades sampai tanda batas.

3.6.7 Pembuatan larutan natrium hidroksida (NaOH) 0,5 N

Dipipet sebanyak 5 mL NaOH 10 N, kemudian dimasukkan kedalam labu tentukur 100 mL, ditambahkan akuades sampai batas tanda.

3.7 Identifikasi Natrium Siklamat di Dalam Sampel

Diambil sebanyak 15 ml sampel dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer dilarutkan dengan akuades sebanyak 15 ml saring bila perlu kemudian ditambahkan 5 ml HCl 10 % dibiarkan selama 2 menit dan ditambahkan 5 ml NaNO_2 10% dipanaskan di atas *hotplate* selama 20 sampai 30 menit, didinginkan dan ditambahkan secara perlahan 5 ml BaCl_2 10 % sambil aduk dan diamkan selama 10 sampai 30 menit kemudian bila timbul endapan putih berarti larutan mengandung natrium siklamat.

3.8 Penentuan Kadar Natrium Siklamat Pada Sampel Secara UV-Vis

Penentuan kadar Natrium Siklamat di dalam sampel secara spektrofotometri UV-Vis dilakukan melalui beberapa tahapan kerja, pembuatan larutan induk baku pembanding natrium siklamat, penentuan panjang gelombang maksimum larutan baku pembanding natrium siklamat, pembuatan kurva kalibrasi dan perhitungan persamaan regresi natrium siklamat, preparasi sampel, dan persiapan sampel uji serta pengukuran absorbansi sebagai berikut :

3.8.1 Pembuatan larutan induk baku pembanding natrium siklamat

Dibuat larutan induk baku dari bahan asam siklamat konsentrasi 1000 $\mu\text{g/ml}$ sebanyak 100 ml dihitung penimbangan bahan baku natrium siklamat sebagai berikut :

Kemurnian natrium siklamat = 98,77%

Berat baku natrium siklamat yang ditimbang

$$= \frac{100\%}{98,77\%} \times 100 \text{ mg} = 101,24 \text{ mg}$$

Ditimbang seksama natrium siklamat baku sebanyak 101,24 mg dilarutkan dengan akuades di dalam labu tentukur sampai 100 ml, diperoleh larutan induk baku I asam siklamat 1000 $\mu\text{g/ml}$. Dipipet 10 ml larutan induk baku I diencerkan di dalam labu tentukur sampai 100 ml diperoleh larutan induk baku II dengan konsentrasi :

$$(10 \text{ ml} \times 1000 \mu\text{g/ml})/100 \text{ ml} = 100 \mu\text{g/ml}$$

3.8.2 Mencari panjang gelombang maksimum

Untuk mencari panjang gelombang maksimum baku natrium siklamat dibuat larutan dengan natrium siklamat baku konsentrasi 60 $\mu\text{g/ml}$ sebanyak 25 mL dari larutan induk baku II (100 $\mu\text{g/ml}$), yaitu dipipet larutan induk baku II (100 $\mu\text{g/ml}$), sebanyak

$$= \frac{25 \text{ ml} \times 60 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 15 \text{ mL}$$

Dipipet larutan LIB II konsentarsi 100 $\mu\text{g/ml}$ sebanyak 15 mL diencerkan di dalam labu tentukur sampai volume 25 ml diperoleh larutan dengan konsentrasi (60 $\mu\text{g/ml}$), dikocok homogen kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah I ditambahkan 2,5 ml H_2SO_4 pekat dan didinginkan. Setelah dingin, ditambahkan 50 ml etil asetat dikocok selama 2 menit kemudian diambil lapisan etil asetat

(lapisan atas) kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah II, ditambahkan 15 ml akuades, diekstraksi dan dilakukan 3 kali pengulangan.

Dikumpulkan lapisan air (lapisan bawah) dimasukkan ke dalam corong pisah III dan ditambahkan 1 ml NaOH 10 N dan 5 ml sikloheksana dikocok selama 1 menit, lapisan atas dibuang. Lapisan air dimasukkan ke dalam corong pisah ke IV ditambahkan 2,5 ml H₂SO₄ 30%, 5 ml sikloheksan, 5 ml larutan natrium hipoklorit, dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksan (lapisan atas) akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi larutan natrium hipoklorit kurang lebih 5 ml. Lapisan bawah dibuang, lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 ml NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit kemudian lapisan bawah dibuang. Lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 ml air, dibuang lapisan airnya. Lapisan atas kemudian diukur pada panjang gelombang sekitar 200-400 nm, sebagai blanko digunakan sikloheksana, Dicatat absorbansi maksimum sehingga diperoleh absorbansi maksimum sebagai panjang gelombang maksimum baku natrium siklamat.

3.8.3 Pembuatan kurva kalibrasi larutan baku natrium siklamat

Untuk membuat kurva kalibrasi baku natrium siklamat dibuat larutan dengan natrium siklamat baku konsentrasi 20 µg/ml, 40 µg/ml, 60 µg/ml, 80 µg/ml, 100 µg/ml sebanyak 25 mL dari larutan induk baku II (100 µg/ml), yaitu masing masing dipipet larutan induk baku II (100 µg/ml), sebanyak

1. Untuk konsentrasi 20 µg/ml = $\frac{25 \text{ ml} \times 20 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 5 \text{ mL}$
2. Untuk konsentrasi 40 µg/ml = $\frac{25 \text{ ml} \times 40 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 10 \text{ mL}$
3. Untuk konsentrasi 60 µg/ml = $\frac{25 \text{ ml} \times 60 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 15 \text{ mL}$

$$4. \text{ Untuk konsentrasi } 80 \mu\text{g/ml} = \frac{25 \text{ ml} \times 80 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 20 \text{ mL}$$

$$5. \text{ Untuk konsentrasi } 100 \mu\text{g/ml} = \frac{25 \text{ ml} \times 100 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 25 \text{ mL}$$

Maka dipipet larutan induk baku II (konsentrasi $100 \mu\text{g/mL}$) masing-masing sebanyak 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, dan 25 mL, masing-masing diencerkan di dalam labu tentukur sampai volume 25 ml diperoleh larutan dengan konsentrasi $20 \mu\text{g/ml}$, $40 \mu\text{g/ml}$, $60 \mu\text{g/ml}$, $80 \mu\text{g/ml}$, dan $100 \mu\text{g/ml}$. kemudian masing-masing larutan tersebut dipindah kan ke dalam masing-masing corong pisah ke I, ditambahkan 2,5 ml H_2SO_4 pekat dan didinginkan. Setelah dingin ditambahkan 50 ml etil asetat dikocok selama 2 menit kemudian diambil lapisan etil asetat (lapisan atas) kemudian dimasukkan ke dalam masing-masing corong pisah ke II, ditambahkan 15 ml akuades, diekstraksi dan dilakukan 3 kali pengulangan.

Dikumpulkan lapisan air (lapisan bawah) dimasukkan ke dalam masing-masing corong pisah ke III dan ditambahkan 1 ml NaOH 10 N, 5 ml sikloheksana dikocok selama 1 menit, lapisan atas dibuang. Lapisan air dimasukkan ke dalam masing-masing corong pisah ke IV ditambahkan 2,5 ml H_2SO_4 30%, 5 ml sikloheksan, dan 5 ml larutan natrium hipoklorit, dikocok selama 2 menit. Masing-masing lapisan sikloheksan (lapisan atas) akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi larutan natrium hipoklorit kurang lebih 5 ml. Lapisan bawah dibuang, lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 ml NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit kemudian lapisan bawah dibuang. Masing-masing lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 ml air, dibuang lapisan airnya, masing-masing lapisan sikloheksana kemudian diukur absorbansi nya pada panjang gelombang

maksimum yang diperoleh (pada poin 3.8.2), sebagai blanko digunakan sikloheksan, sehingga diperoleh kurva kalibrasi dan persamaan garis regresi.

3.8.4 Preparasi sampel

Sampel madu diambil sekitar 5 gram dan ditempatkan di dalam gelas ukur ditambahkan akuades secukupnya (25-50 ml) untuk melarutkan madu, jika madu terlalu kental dapat dilakukan pemanasan ringan sambil diaduk jangan sampai mendidih, dilakukan filtrasi dengan kertas saring, diambil hasil dari filtrat sekitar 5 sampai 10 ml kemudian diencerkan lagi dengan akuades jika perlu, tergantung konsentrasi yang dibutuhkan.

3.8.5 Penentuan kadar natrium siklamat pada sampel

Dipipet sampel sebanyak 50 ml yang telah disiapkan (pada poin 3.8.4) kemudian dipipet 1 mL dimasukkan dalam labu tentukur 25 mL dicukupkan dengan akuades sampai garis tanda dimasukkan ke dalam corong pisah I, ditambah dengan 2,5 ml H_2SO_4 pekat dan didinginkan. Setelah dingin ditambah dengan 50 etil asetat dikocok selama 2 menit dan diambil kurang lebih 40 ml (lapisan atas) kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah ke II. Dibilas dengan 15 ml akuades dan dilakukan dengan 3 kali pengulangan, dikumpulkan lapisan air (lapisan bawah) dan dimasukkan ke dalam corong pisah ke III, ditambahkan dengan 1 ml NaOH 10 N dan 5 ml sikloheksana, dikocok selama 1 menit. Lapisan atas dibuang, lapisan air dimasukkan ke dalam corong pisah ke IV. Ditambahkan 2,5 ml H_2SO_4 30%, 5 ml sikloheksana, dan 5 ml larutan hipoklorit, dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksana (lapisan atas) akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi larutan hipoklorit kurang lebih 5 ml, lapisan air dibuang, Kemudian lapisan sikloheksana dibilas dengan 25 ml NaOH 0,5 N dan dikocok

selama 1 menit dan lapisan bawah dibuang, lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 ml akuades, diambil lapisan sikloheksana dan lapisan air dibuang, lapisan sikloheksana kemudian diukur absorbansi nya pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh (pada poin 3.8.2), sebagai blanko digunakan sikloheksan sehingga diperoleh absorbansi, dan dihitung kadar siklamat dengan menggunakan persamaan garis regresi yang diperoleh (pada point 3.8.3), dan dicatat absorbansi nya pekerjaan diulangi sampai 6 kali, selanjutnya dihitung persamaan regresi dan dihitung standar deviasi, kemudian dilanjutkan dengan validasi metode.

3.9 Analisis Data Kadar Natrium Siklamat Secara Statistik Menghitung Simpangan Baku (Standar Deviasi)

Untuk menghitung standar deviasi digunakan rumus : $SD = \frac{\sqrt{\sum(X-\bar{x})}}{(n-1)}$

Keterangan : SD = Standar deviasi

x = Kadar siklamat dalam sampel

$\bar{x}$ = Kadar rata-rata siklamat di dalam sampel

n = Jumlah perlakuan (ulangan)

Untuk menghitung t_{hitung} digunakan rumus: $T_{hitung} = \left| \frac{x-\bar{x}}{SD/\sqrt{n}} \right|$

Keterangan : SD = simpang baku x = kadar sampel

$\bar{x}$ = kadar rata-rata n = jumlah perlakuan

Semuanya data yang diperoleh dengan 6 replikasi dilihat dapat diterima atau ditolak dengan melihat t_{hitung} dan t_{tabel} dengan dasar penolakan data adalah :

Data diterima jika : $t_{hitung} < t_{tabel}$

Data ditolak jika : $t_{hitung} > t_{tabel}$

Untuk menghitung kadar sebenarnya dengan tingkat kepercayaan 99,99% ($\alpha = 0,01$) ; $dk = n - 1$, digunakan rumus :

$$\text{Kadar sebenarnya } (\mu) = \text{kadar rata-rata } (\bar{x}) \pm t \left(1 - \frac{1}{2\alpha}\right)_{dkx} \frac{SD}{\sqrt{n}}$$

Keterangan : μ = interval kepercayaan

SD = Standar Deviasi

dk = derajat kebebasan ($n-1$)

t = harga t tebal sesuai dk ($n-1$)

α = tingkat kepercayaan

n = jumlah perlakuan

3.10 Uji Validasi Metode

Uji validasi metode dilakukan dengan cara uji akurasi (ketepatan metode) ,
presisi/keseeksamaan (ketelitian perlakuan).

3.10.1 Uji akurasi metode

Uji akurasi metode dilakukan dengan cara uji perolehan kembali (persen *recovery*) untuk mengetahui metode yang digunakan untuk pengujian ini akurat. Caranya dilakukan dengan penambahan baku pembanding (*standard addition method*) asam siklamat ke dalam sampel sejumlah tertentu secara kuantitatif dikerjakan dengan 6 replikasi. Kemudian dianalisis bobot siklamat sebelum dan setelah penambahan baku siklamat dalam jumlah tertentu, dilakukan penetapan bobot siklamat dengan cara yang sama pada perlakuan sampel. Hasilnya dihitung persen *recovery* dengan rumus :

Persen *recovery* =

$$\frac{\text{Bobot siklamat diperoleh (setelah ditambah baku – sebelum ditambah baku)}}{\text{Bobot siklamat baku yang ditambahkan}} 100\%$$

Secara umum, penerimaan hasil uji akurasi/kecermatan metode, jika hasil uji *recovery* diperoleh antara 98% - 102%

3.10.2 Uji keseeksamaan (*precision*)

Uji keseeksamaan/presisi dilakukan dengan menghitung simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV), dari replikasi hasil pada pengujian persen *recovery*, menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Standar deviasi (SD)} = \frac{\sqrt{\sum(X-\bar{x})^2}}{n-1}$$

$$\text{Simpangan baku relatif (RSD)} = \frac{\text{Standar deviasi}}{\text{persen recovery rata-rata}} \times 100 \%$$

Secara umum standar penerimaan deviasi relatif (RSD) tidak lebih dari 2,5%

(Rohman, 2014)

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Pengambilan Sampel

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia bahan makanan dan laboratorium Penelitian Program studi Farmasi Sekalah Tinggi Ilmu Kesehatan Indah Medan. pada bulan Mei sampai September 2025. Penelitian ini menggunakan sampel madu bermerek sebanyak 3 sampel dan tanpa bermerek 3 sampel yang beredar di desa Buluhala kota Dumai, dilakukan pengambilan sampel secara acak sederhana.

4.2 Identifikasi Siklamat di dalam Sampel

Lampiran 1 dan hasil reaksi dengan pereaksi kimia dapat dilihat pada tabel 4.1 dan 4.2 sebagai berikut:

Tabel 4.1 Hasil analisa kualitatif secara organoleptis

No	Kode Sampel	Pengamatan	Hasil pengamatan		
			Ulangan I	Ulangan II	Ulangan III
1	Kontrol positif (natrium siklamat baku)	Rasa manis, warna bening, aroma netral	+	+	+
2	Madu tidak bermerek A	Rasa manis, warna kuning bening, aroma netral	+	+	+
3	Madu tidak bermerek B	Rasa sangat manis, warna coklat tua, aroma menyengat	+	+	+

4	Madu tidak bermerek C	Rasa manis, warna kuning keruh, aroma harum	+	+	+
5	Madu bermerek Sakinah	Rasa manis, warna kuning bening, aroma harum	+	+	+
6	Madu bermerek Amanah	Rasa manis, warna kuning bening, aroma netral	+	+	+
7	Madu bermerek Nusantara	Rasa manis, warna coklat tua, aroma menyengat	+	+	+

Tabel 4.2 Hasil Analisa Kualitatif Secara Reaksi Kimia (Uji Pengendapan)

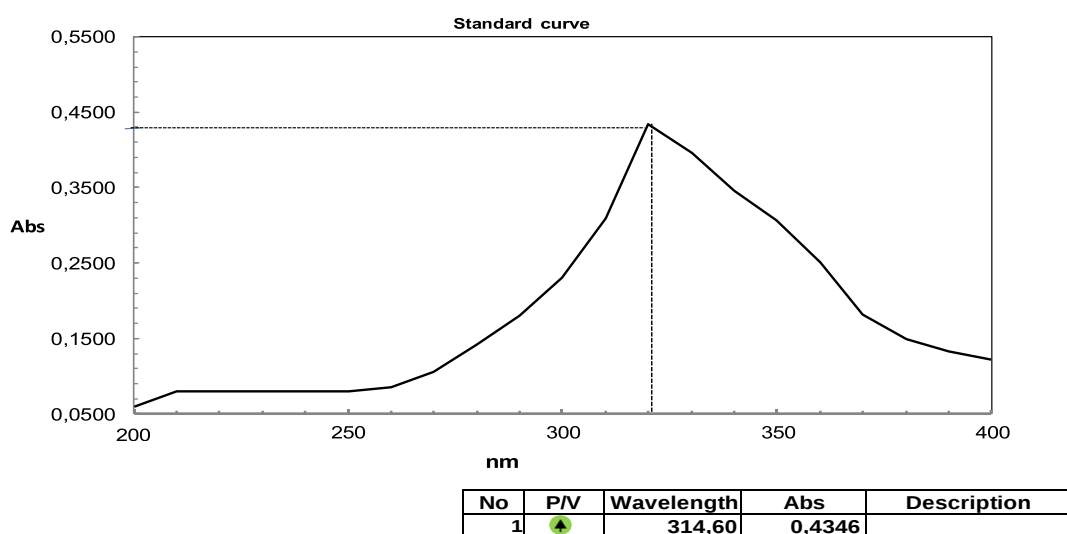
No	Kode sampel	Pengamatan (Endapan putih)	Hasil pengamatan
			(Positif/Negative)
1	Kontrol positif (natrium siklamat baku)	Ada	+
2	Madu tidak bermerek A	Ada	+
3	Madu tidak bermerek B	Ada	+
4	Madu tidak bermerek C	Ada	+
5	Madu bermerek Sakinah	Tidak ada	-
6	Madu bermerek Amanah	Tidak ada	-
7	Madu bermerek Nusantara	Tidak ada	-

4.3 Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Untuk mencari panjang gelombang maksimum, dilakukan dengan larutan yang mempunyai konsentrasi 60,0 µg/ml. Konsentrasi yang digunakan ini

mengingat menurut hukum Lambert Beer bahwa pengukuran akan memberi kesalahan paling kecil pada serapan sekitar 0,4343. Dari hasil orientasi diperoleh serapan sekitar 0,4343, pada konsentrasi 60,0 µg/ml.

Hasil pengukuran panjang gelombang maksimum larutan baku pembanding natrium siklamat dapat dilihat pada gambar 4.1 di bawah ini :



Gambar 4.1. Kurva Panjang Gelombang Maksimum Natrium Siklamat 60 µg/ml

Gambar 4.1 di atas menunjukkan bahwa hasil pengukuran panjang gelombang maksimum yang diperoleh 314,600 nm dengan absorbansi 0,4346, masih dalam batas pada rentang panjang gelombang daerah UV 200-400 nm.

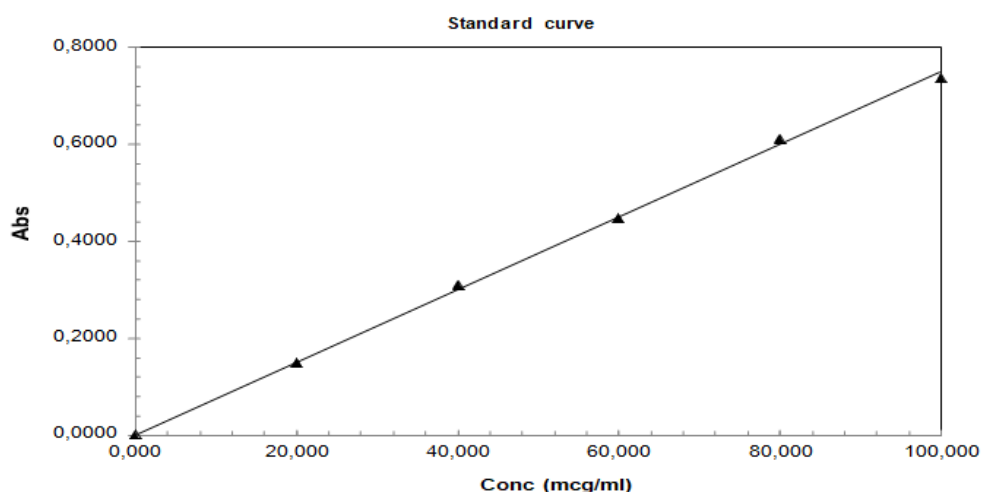
4.4 Penentuan Kurva Kalibrasi Larutan Baku natrium Siklamat

Perhitungan kadar siklamat di dalam sampel dilakukan dengan menggunakan persamaan garis regresi dari larutan baku pembanding natrium siklamat, untuk itu dicari hubungan linieritas antara konsentrasi dan serapan natrium siklamat baku dibuat larutan berbagai konsentrasi yang memberikan serapan antara 0.2-0.6. Pada penelitian ini dibuat larutan konsentrasi 20,0 µg/mL sampai 100,0 µg/mL. Data dan hasil perhitungannya dapat dilihat pada lampiran 6,

hasilnya pengukurannya dapat dilihat pada tabel 4.3 sebagai berikut :

Tabel 4.3 Hasil pengukuran absorbansi larutan baku natrium siklamat

No	Konsentrasi	Absorbansi
1	0,000	0,0000
2	20,000	0,1501
3	40,000	0,3102
4	60,000	0,4503
5	80,000	0,6104
6	100,000	0,7405



Gambar 4.2 Kurva Kalibrasi Larutan Baku Natrium Siklamat

Tabel 4.3 dan gambar 4.2 di atas menunjukkan bahwa dari hasil pengukuran absorbansinya diperoleh hubungan yang linier antara konsentrasi natrium siklamat baku dengan absorbansi, dan perhitungan persamaan garis regresi dan koefisien korelasi dapat dilihat pada lampiran 7, diperoleh harga koefisien korelasi 0,9997 dan persamaan garis regresi $Y = 0,07462 X + 0,0038$ maka persamaan garis regresi yang diperoleh ini sudah cukup linier dan baik, sehingga persamaan garis regresi ini dapat dipergunakan untuk perhitungan penetapan kadar siklamat di dalam sampel.

4.5 Penetapan Kadar Siklamat didalam Sampel

Penetapan kadar siklamat diawali dengan preparasi sampel, diekstraksi terlebih dahulu siklamat di dalam sampel dengan tentukur 50 ml dan dicukupkan

sampai garis tanda, dipipet 1 mL diencerkan dengan akuades di dalam labu tentukur sampai 25 mL.

Kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah I, ditambah dengan 2,5 ml H_2SO_4 pekat dan didinginkan. Setelah dingin ditambah dengan 50 etil asetat dikocok selama 2 menit dan diambil kurang lebih 40 ml (lapisan atas) kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah ke II. Dibilas dengan 15 ml akuades dan dilakukan dengan 3 kali pengulangan, dikumpulkan lapisan air (lapisan bawah) dan dimasukkan ke dalam corong pisah ke III, ditambahkan dengan 1 ml NaOH 10 N dan 5 ml sikloheksana, dikocok selama 1 menit. Lapisan atas dibuang, lapisan air dimasukkan ke dalam corong pisah ke IV. Ditambahkan 2,5 ml H_2SO_4 30%, 5 ml sikloheksana, dan 5 ml larutan hipoklorit, dikocok selama 2 menit. Lapisan sikloheksana (lapisan atas) akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan lagi larutan hipoklorit kurang lebih 5 ml, lapisan air dibuang,

Kemudian lapisan sikloheksana dibilas dengan 25 ml NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit dan lapisan bawah dibuang, lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 ml akuades, diambil lapisan sikloheksana dan lapisan air dibuang, lapisan sikloheksana kemudian diukur absorbansi nya pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh (314,60 nm), dan dihitung kadar siklamat dengan menggunakan persamaan garis regresi dari natrium siklamat baku yang diperoleh $Y = 0,07462 X + 0,0038$. Contoh perhitungan kadar siklamat di dalam sampel dapat dilihat pada lampiran 18 dan 19, Data dan hasil perhitungan selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 20. Rekapitulasi hasil penentuan kadar siklamat dalam beberapa sampel madu dapat dilihat pada tabel 4.4 di bawah ini:

Tabel 4.4 Kadar siklamat di dalam beberapa sampel madu

No	Nama Sampel	Kadar siklamat rata-rata (mg/kg)	Kadar siklamat sebenarnya (mg/kg)
1	Madu tidak bermerek A	304,71	$304,71 \pm 2,71$
2	Madu tidak bermerek B	333,80	$333,80 \pm 1,97$
3	Madu tidak bermerek C	337,53	$337,53 \pm 2,21$
4	Madu bermerek Sakinah	177,36	$177,36 \pm 2,51$
5	Madu bermerek Amanah	174,78	$174,78 \pm 3,13$
6	Madu bermerek Nusantara	183,06	$183,062 \pm 2,97$

Tabel 4.4 di atas menunjukkan bahwa dari 6 sampel yang diperiksa tidak terdapat sampel yang kadar siklamat melebihi batasan persyaratan sesuai Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 722/Menkes/Per/IX/1988 kadar siklamat yang diperbolehkan digunakan di dalam minuman adalah maksimum 350 mg/kg tetapi terdapat 3 sampel yang kadar siklamat nya hampir melewati batasan persyaratan tersebut. Adapun sampel yang kadar siklamat nya hampir melewati batasan persyaratan tersebut adalah sampel madu tidak bermerk A = $304,71 \pm 2,71$ mg/kg, madu tidak bermerk B = $333,80 \pm 1,97$ mg/kg, dan madu tidak bermerk C = $337,53 \pm 2,21$ mg/kg.

Walaupun hasil penentuan kadar siklamat pada penelitian ini menunjukkan kandungan siklamat di dalam sampel mempunyai kadar masih berada di bawah persyaratan yang telah ditetapkan, namun bila dikonsumsi secara berulang-ulang dan terus menerus dapat juga memberikan dampak negatif bagi kesehatan seperti berupa sakit kerongkongan, edema (bengkak) yang dapat terjadi karena retensi atau tertahannya cairan di dalam tubuh, naiknya tekanan darah sebagai akibat bertambah volume plasma akibat pengikatan air, dan kemungkinan terjadinya karsinogen (kanker)

4.6 Penentuan Uji Akurasi Metode

Uji akurasi metode dilakukan untuk mengetahui metode yang digunakan

untuk pengujian siklamat ini akurat. Uji ini dapat dilakukan dengan parameter perolehan kembali (persen *recovery*), untuk ini bisa ditempuh dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked placebo recovery*) yaitu membuat formulasi sendiri dengan komposisi yang menyerupai sampel yang di uji dan dengan cara penambahan baku pembanding (*standard addition method*).

Pada penelitian ini dipilih dengan cara penambahan baku pembanding (*standar addition method*), karena lebih mudah dalam pelaksanaanya yaitu dengan cara penambahan baku natrium siklamat terukur secara kuantitatif dalam jumlah tertentu ke dalam sejumlah tertentu sampel, kemudian dianalisis perolehan kembali baku yang ditambahkan tersebut, sedangkan bila menggunakan cara *spiked placebo recovery* harus membuat formula yang menyerupai formula sampel yang diuji, sementara bahan penyusun formula sampel tidak diketahui secara pasti. Hasil perhitungan uji perolehan kembali (% *recovery*) rata-rata siklamat di dalam sampel yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 4.5 di bawah ini.

Tabel 4.5 Hasil uji recovery pada sampel madu tidak bermerk A

Rentang spesifik	Absorbansi	Bobot siklamat dalam 50 ml x pengenceran 1 ml dalam 25 (μg)	Absorbansi	Bobot Siklamat dalam 50 ml x pengenceran 1 ml dalam 25 (μg)	Baku Na.siklamat yang di tambahkan (mg)	Persen <i>recovery</i> (%)
80%	0,0958	56,09	0,1159	81,22	25	100,50
	0,0957	55,97	0,1155	80,72	25	99,00
	0,0958	56,09	0,1158	81,09	25	100,00
100%	0,1069	69,97	0,1309	99,97	30	100,00
	0,1070	70,09	0,1309	99,97	30	99,58
	0,1071	70,22	0,1311	100,22	30	100,00
120%	0,1181	83,97	0,1460	118,84	35	99,64
	0,1182	84,09	0,1462	119,09	35	100,00
	0,1182	84,09	0,1460	118,84	35	99,29
Persen <i>recovery</i> rata-rata = 99,78% Standar deviasi = 0,45 Relatif standar deviasi = $\frac{0,45}{99,78} \times 100 \% = 0,45 \%$						

Tabel 4.5 di atas menunjukkan bahwa persen *recovery* yang diperoleh adalah 99,78 % dengan presisi (% RSD) = 0,45%. Menurut Harmita (2004), bahwa uji perolehan kembali memenuhi kriteria akurat bila persen perolehan kembali berada pada rentang 98% - 102% dan memenuhi kriteria seksama jika relative standard deviasi (% RSD) < 2,5%,. maka metode spektrofotometri ini cukup akurat untuk penetapan kadar siklamat di dalam sampel madu karena persen perolehan kembali (persen *recovery*) = 99,78 % berada pada rentang 98% - 102%, dan perlakuan cukup teliti/seksama karena % RSD diperoleh = 0,45% sehingga dapat disimpulkan bahwa metode spektrofotometri UV-Vis memberikan hasil yang akurat dan seksama untuk penetapan kadar siklamat di dalam sampel madu yang berada di Desa Buluhala Kota Dumai.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan bahwa:

- a. Kadar siklamat di dalam sampel madu yang bermerek dan tidak bermerek yang beredar di Desa Buluhala kota Dumai dapat ditetapkan secara spektrofotometri UV-Vis dengan menggunakan pelarut sikloheksan pada panjang gelombang 314,60 nm, menghasilkan persen recovery = 99,78 % berada pada rentang 98% - 102% dan perlakuan cukup teliti/seksama karena % RSD diperoleh = 0,45%. % di bawah 2,5%.
- b. Dari 6 sampel madu tidak bermerek dan yang mempunyai bermerek beredar di Desa Buluhala kota Dumai yang dianalisa seluruhnya mengandung siklamat
- c. Dari 3 sampel madu tidak bermerek seluruhnya hampir tidak memenuhi persyaratan dan dari 3 sampel madu bermerek seluruhnya memenuhi persyaratan Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 722/Menkes/Per/IX/1988 yang ditetapkan kadar siklamat batas maksimum 350 mg/kg.

5.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian ini, adapun hal yang dapat disarankan yaitu :

- a. Kepada masyarakat agar hati-hati dalam mengkonsumsi madu tanpa merk karena ada kemungkinan terdapat kandungan bahan tambahan makanan, melebihi batas yang diperbolehkan, dan tidak dianjurkan juga mengkonsumsi setiap hari dan berlebihan, karena dapat terjadi akumulasi di dalam tubuh.

- b. Diharapkan kepada peneliti lainya dapat melakukan pengujian terhadap parameter-parameter bahan tambahan makanan lainnya untuk makanan dan minuman lainnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, T. and Dewi, R. (2019) 'Kadar Cemaran Logam Timbal Dalam Madu Yang Beredar Di Kota Makassar', Penerbit *Media Farmasi*, 15(1), pp. 1–5. <https://doi.org/10.32382/mf.v15i1.901>.
- Alhuda, K. (2024) *.Perbandingan Efektivitas Krim Ekstrak Lidah Buaya (Aloe Vera Linn) Dan Madu Hutan (Apis Dorasata) Terhadap Penyembuhan Luka Bakar Derajat II A Pada Tikus Wistar Jantan (Rattus Norvegicus).*, Penerbit Universitas HKBP Nomensen. <https://repository.uhn.ac.id/handle/123456789/10251>.
- Ansyarif, A.Rifkah. (2018) *Kajian Sifat Fisikokimia Madu Hutan (Apis dorsata)*. Fakultas Sains & Teknologi. <http://repository.uin-alaudin.ac.id/id/eprint/12754>.
- Cahyadi, W. (2023) *Analisis & Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*. Jakarta: Bumi Aksara. <https://books.google.co.id/books?id=zDuoEAAAQBAJ&printsec>.
- Dachriyanus (2014) *Analisis Struktur Senyawa Organik Secara Spektroskopi Dachriyanus*. Padang: Lembaga Pengembangan Teknologi Informasi & Komunikasi. <https://repo.unand.ac.id/4975/1/Buku%201.pdf>.
- Eka Putri, N.A., Wulandari, D.A. and Widada, W. (2024) 'Manfaat Madu Terhadap Imunitas Tubuh Dalam Perspektif Pengobatan Islam', *Scientific Proceedings of Islamic and Complementary Medicine*, 2(1), pp. 35–43. <https://doi.org/10.55116/SPICM.V2I1.23>.
- Fatimah, C. (2023) *.Analisa Fisiko Kimia Farmasi*. Medan: Stikes Indah.
- Ferreira (2021) *. 'Characterization of thin chromium coatings produced by PVD sputtering for optical applications.'*, *Coatings*, 11(2), pp. 1–21. <https://doi.org/10.3390/coatings11020215>.
- Gholib Gandjar, I. and Rohman, A. (2018) *.Spektroskopi Molekuler Untuk Analisis Farmasi*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press. <https://books.google.co.id/books?id=veBdDwAAQBAJ&printsec=copyright&hl=id#v=onepage&q&f=false>.
- Hadiana, A.Balqis. (2018) *. 'Identifikasi Siklamat Pada Pangan Jajanan Anak Sekolah Dan Keluhan Kesehatan.'*, *Jurnal Kesehatan Lingkungan*, 10(2), pp.191-200. https://scholar.google.com/scholar?hl=id&as_sdt=0%2C5&q=Identifikasi+Siklamat+Pada+Pangan+Jajanan+Anak+Sekolah+Dan+Keluhan+Kesehatan&btnG=.
- Halim, L. (2022) *Identifikasi Natrium Siklamat Pada Beberapa Madu Di Kecamatan Lawang*. Pharmacy Studi Program. <http://repository.itsk->

soepranoen.ac.id/id/eprint/2397.

Hutomo, S.W. (2016) . Penggunaan Spektrofotometer Visible Untuk Uji Kandungan Glukosa Pada Jambu Biji Merah (*Psidium Guajava L.*). Faculty Of Engineering. <https://eprints.undip.ac.id/47920/>.

Kharisma, Y. (2025) . Analisis Kadar Sakarin Dan Siklamat Pada Larutan Gula Es Campur Dan Es Cincau Di Desa Plesungan , GondangRejo. *Karanganyar*. Fakultas Farmasi. <https://eprints.setiabudi.ac.id/id/eprint/41>.

Lestari, D.A. (2024) .Metode Spektrofotometri Uv Dengan Pendekatan Kemometrik Untuk Analisis Kurkumin Dan Piperin Secara Simultan UV *Spectrophotometry Method Using A Chemometric Approach For Simultaneous Analysis Of Curcumin And Piperine*. Universitas Hasanuddin. <https://repository.unhas.ac.id:443/id/eprint/34735>.

Mark F. Vitha (2018) .*Spectroscopy: Principles and Instrumentation*. 1st ed. John wiley & Sons. <https://content.e-bookshelf.de/media/reading/L-11688645-6590382546.pdf>.

Musiam, S., Hamidah, M. and Kumalasari, E. (2016) .Penetapan Kadar Siklamat Dalam Sirup Merah Yang Dijual Di Banjarmasin Utara. *Determination Of Cyclamate Content In Red Syrup Wich Sold In Banjarmasin Utara., Jurnal Ilmiah Ibnu Sina*. https://web.archive.org/web/20161130193949id_.

Novitasari, M., Rahma, N. and Puspitasary, K. (2019) .‘Penetapan Kadar Pemanis Buatan (Na-SIKLAMAT) Pada Beberapa Minuman Serbuk Instan Di Kota Surakarta Determination Of Artificial Sweetener Levels (Na-Cyclamat) On Some Instant Powder Drinks In Surakarta.’, *Jurnal Farmasi Sains & Praktis*, 2(2), pp. 1–7. <https://doi.org/https://doi.org/10.36419/avicenna.v2i2.309>.

Pertiwi, N.I. (2016) .Perbedaan Kadar Asam Urat Menggunakan Alat Spektrofotometer Dengan Alat *Point Of Care Testing (POCT)*. Semarang. <http://lib.unimus.ac.id>.

Puspawiningtyas, E., Regawa., P.B., Hamad., A. (2017) .‘Upaya Meningkatkan Pengetahuan Bahan Tambahan Pangan Melalui Pelatihan Deteksi Kandungan Formalin Dan Boraks.’ <https://doi.org/https://doi.org/10.30595/jppm.v1i1.1220>.

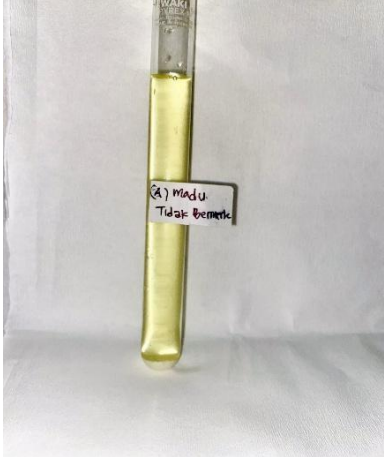
Rita Maliza, Ms. *et al.* (2024) Analisis Zat Gizi Pangan Teori dan Praktik Penerbit CV. Eureka Media Aksara.

Rohman, A. (2014) .Validasi Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia. Yogyakarta:Gadjah Mada University Press. https://books.google.co.id/books?id=2IFYDwAAQBAJ&printsec=frontcover&hl=id&source=gbs_atb#v=onepage&q&f=false.

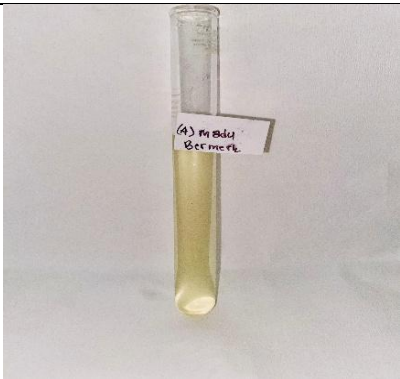
Sarumaha, Y.K. (2019) Analisis Siklamat Pada Minuman Serbuk Dan Kemasan Dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis.

- Sindi, A., *et al.* (2022). *Liptint Organik Multifungsi: Transformasi Limbah Kulit Buah Naga Kombinasi Madu Trigona Pada Ibu PKK Desa Batupala*. Penerbit CV.Eureka Media Aksara. Purbalingga.
- Skoog (2014) *.Fundamentals of Analytical Chemistry*. 6th ed. Sanders College. <https://webpac.lib.itb.ac.id/find/detail/161231>.
- Sunandar, I.H. (2024) ‘Penggunaan Spektrofotometer Dalam Penilaian Kualitas Pangan: Metode dan Praktik’, in. Azzia Karya Bersama, pp. 4–5. https://www.google.co.id/books/edition/Penggunaan_Spektrofotometer_dalam_Penila/iRYQEQAQBAJ?hl=id&gbpv=0.
- Tang, M. (2018) *.Validasi Metode Analisis Penentuan Kadar Senyawa Tetra Hydroxy Ethyl Disulfate (THES) Menggunakan Metode UFLC Validation Of Analysis Methods Determination Of Tetra Hydroxy Ethyl Disulfate (THES)*. Universitas Hasanuddin. <http://repository.unhas.ac.id:443/id/eprint/35674>.
- Wahyuni, A.Merli. (2022) *.‘Pengembangan Dan Validasi Metode Analisis Spektrofotometri UV-VIS Derivatif Untuk Deteks Kombinasi Hidrokortison Asetat Dan Nipagin Pada Sediaan Krim.’, jurnal Ilmiah sains dan teknologi*, vol 3 no 1. <https://doi.org/https://doi.org/10.33479/sb.v3i1.181>.
- Wahyuningsih, Endah. (2021) ‘Pengayaan Tanaman Pakan Lebah Dengan Pola Agroforestry Home Garden Untuk Mendukung Kelestarian Sumber Pakan Lebah Madu Trigona’, *Jurnal Pendidikan dan Pengabdian Masyarakat*, vol 4 no 4. <https://doi.org/10.29303/jppm.v4i4.3145>.

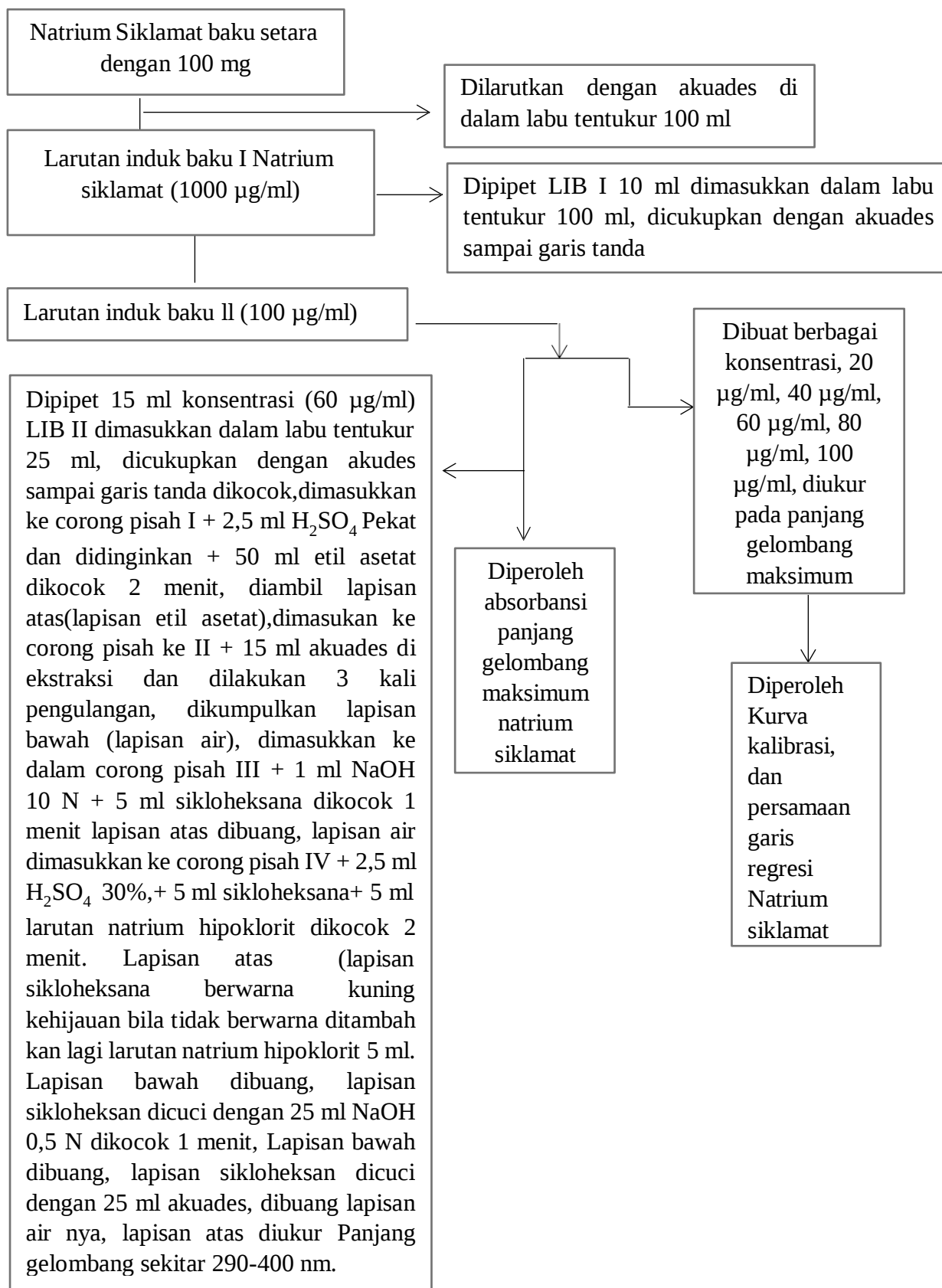
Lampiran 1. Hasil reaksi identifikasi (uji pengendapan) siklamat di dalam sampel

Sampel	Hasil Reaksi Identifikasi
Madu tidak Bermerk A	 Positif endapan putih setelah dipanaskan dan ditambahkan BaCl_2 10 %,kemudian didiamkan
Madu tidak Bermerk B	 Positif endapan putih setelah dipanaskan dan ditambahkan BaCl_2 10 %,kemudian didiamkan
Madu tidak bermerk C	 Positif endapan putih setelah dipanaskan dan ditambahkan BaCl_2 10 %,kemudian didiamkan

Lampiran 1. (Lanjutan)

Madu bermerk sakinah	 Negative endapan putih setelah dipanaskan dan ditambahkan BaCl_2 10 %,kemudian didiamkan
Madu bermerk amanah	 Negative endapan putih setelah dipanaskan dan ditambahkan BaCl_2 10 %,kemudian didiamkan
Madu bermerk nusantara	 Negative endapan putih setelah dipanaskan dan ditambahkan BaCl_2 10 %,kemudian didiamkan

Lampiran 2. Bagan kerja panjang gelombang dan kurva kalibrasi natrium siklamat



Lampiran 3. Gambar penelitian

a. Gambar Alat



Spektrofotometri UV-Vis



Neraca Analitik



Gambar pembuatan larutan sampel

Lampiran 4. Perhitungan Pembuatan Larutan Baku Natrium Siklamat

Untuk membuat larutan induk baku asam siklamat konsentrasi 1000 µg/ml sebanyak 100 ml dihitung penimbangan bahan baku natrium siklamat

Kemurnian natrium siklamat = 98,77%

Berat baku natrium siklamat yang ditimbang

$$= \frac{100\%}{98,77\%} \times 100 \text{ mg} = 101,24 \text{ mg}$$

Ditimbang seksama natrium siklamat baku sebanyak 101,24 mg dilarutkan dengan akuades di dalam labu tentukur sampai 100 ml, diperoleh larutan induk baku I asam siklamat 1000 µg/ml.

Untuk membuat larutan baku natrim siklamat konsentrasi 20 µg/ml, 40 µg/ml, 60 µg/ml, 80 µg/ml, 100 µg/ml sebanyak 25 mL dari larutan induk baku II (100 µg/ml), dipipet larutan induk baku II (100 µg/ml), sebanyak

1. Untuk konsentrasi 20 µg/ml = $\frac{25 \text{ ml} \times 20 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 5 \text{ mL}$
2. Untuk konsentrasi 40 µg/ml = $\frac{25 \text{ ml} \times 40 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 10 \text{ mL}$
3. Untuk konsentrasi 60 µg/ml = $\frac{25 \text{ ml} \times 60 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 15 \text{ mL}$
4. Untuk konsentrasi 80 µg/ml = $\frac{25 \text{ ml} \times 80 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 20 \text{ mL}$
5. Untuk konsentrasi 100 µg/ml = $\frac{25 \text{ ml} \times 100 \mu\text{g/ml}}{100 \mu\text{g/ml}} = 25 \text{ mL}$

Masing-masing larutan yang sudah dipipet diperoleh konsentrasi 20,0 µg/ml; 40,0 µg/ml; 60,0 µg/ml; 80,0 µg/ml; 100,0 µg/ml; selanjutnya dapat dipergunakan diukur absorbansinya untuk mencari panjang gelombang maksimum dan kurva kalibrasi.

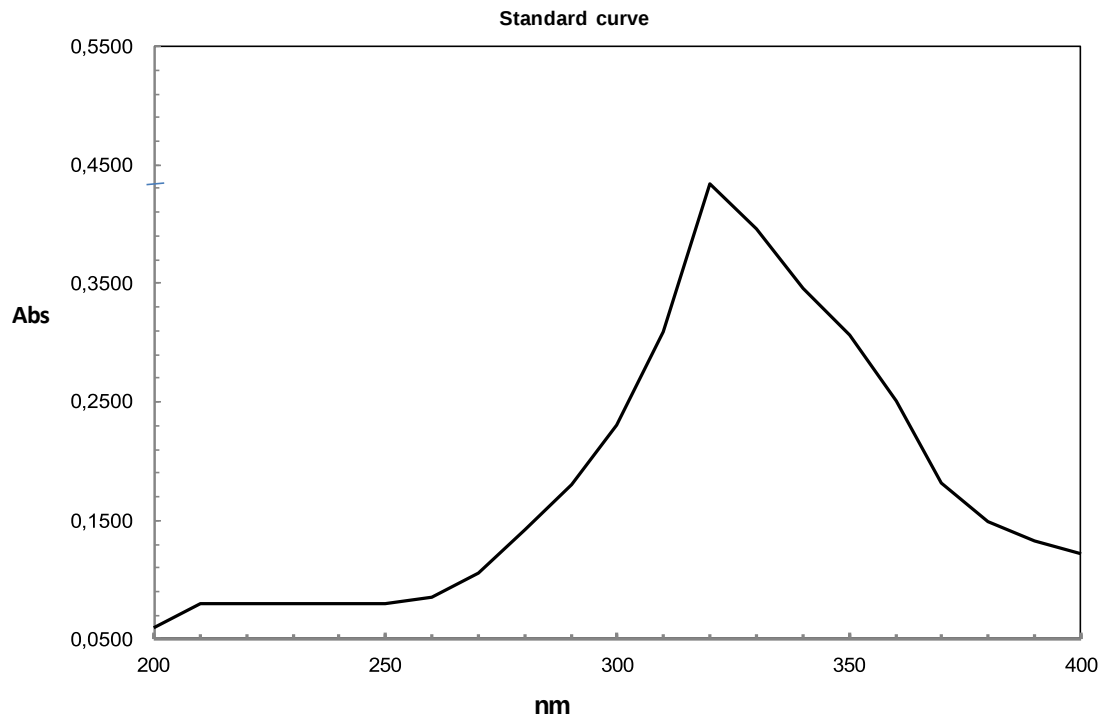
Lampiran 5. Kurva absorbansi maksimum larutan baku natrium siklamat

Spectrum peak pick Report

04/10/2025

08:27:59 AM

Data Set Storage - Raw Data- C:/Docoment and Setting/User/My Documents/
Pj. gelombang Na. Siklamat/Mahasiswa Farmasi STIKes Indah/Kamelia/2025



No	P/V	Wavelength	Abs	Description
1		314,60	0,4346	

Measurement Properties
Wavelength Range (nm): 200.00 to 400.00
Scan Speed: Fast
Sampling Interval: 50
Auto Samplin Interval: Enabled
Scan mode: Single

Instrument Properties

Instrument Type: UV-1800 Series
Measuring Mode: Absorbance
Slit Width: 1.0 nm
Light Source Change Wavelength: 314,60 nm
S/R Exchange: Normal

[Sample Preparayion Properties]

Weight: 60 mcg/ml
Volume: 60 mcg/ml

Dilotion Path Length

Additional Inforamtion : 07/10/2025 09:20:35

Attachment Properties:

Attachment: 6-Cell

Bumber of cell

2

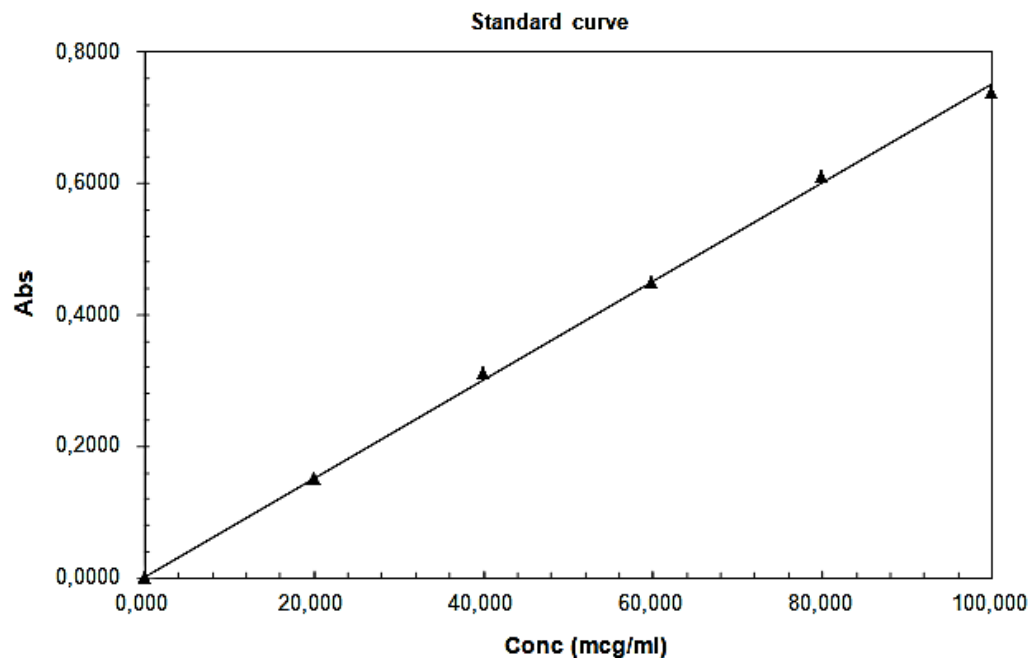
Lampiran 6. Kurva kalibrasi larutan baku natrium siklamat

Standard Table Report

04/10/2025

08:50:45 AM

File Name : \Documents \Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva Kalibrasi Na Siklamat



$$Y = 0,07462 X + 0,0038$$

 r^2 Correlation Coefficient = 0.9997

 r^2 Multiple Correlation Coefficient = 0.9997

Sample Table

	Sample ID	Type	Ex	Conc	WL227.20	Wgt.Factor	Comments
1	blanko	Standard		0,000	0,0000	1,000	
2	Titik 1	Standard		20,000	0,1501	1,000	
3	Titik 2	Standard		40,000	0,3102	1,000	
4	Titik 3	Standard		60,000	0,4503	1,000	
5	Titik 4	Standard		80,000	0,6104	1,000	
6	Titik 5	Standard		100,000	0,7405	1,000	

Lampiran 7. Perhitungan persamaan garis regresi larutan baku natrium siklamat

STD	Konsentrasi (X)	Absorbansi (Y)	X ²	Y ²	XY
STD-1	0,000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
STD-2	20,000	0,1501	400,0000	0,0225	3,0020
STD-3	40,000	0,3102	1600,0000	0,0962	12,4080
STD-4	60,000	0,4503	3600,0000	0,2028	27,0180
STD-5	80,000	0,6104	6400,0000	0,3726	48,8320
STD-6	100,000	0,7405	10000,0000	0,5483	74,0500
	Σ X = 300,00	Σ Y = 2,2615	Σ X ² = 22000	Σ Y ² = 1,2425	Σ XY = 165,3100
Rata-rata	= 50,0000	= 0,37692			

$$a = \frac{\sum XY - (\sum X)(\sum Y)/n}{\sum X^2 - (\sum X)^2/n}$$

$$a = \frac{165,310 - (300,00) \times (2,2615)/6}{22000 - (300,00)^2/6}$$

$$a = \frac{5,2235}{70,000} = 0,0746$$

$$b = 0,37692 - (0,0746 \times 50,000) = 0,0038$$

Persamaan garis regresi : Y = aX + b

Persamaan garis regresi : Y = 0,0746 X + 0,0038

Perhitungan korelasi :

$$r = \frac{\sum XY - (\sum X)(\sum Y)/n}{\sqrt{[\sum X^2 - (\sum X)^2/n][\sum Y^2 - (\sum Y)^2/n]}}$$

$$r = \frac{165,3100 - (300,00 \times 2,2615)/6}{\sqrt{(22000 - (300,00)^2/6) \times (1,2425 - (2,2615)^2/6)}}$$

$$r = \frac{16,5310 - 11,3076}{\sqrt{70,0000 \times 0,3901}}$$

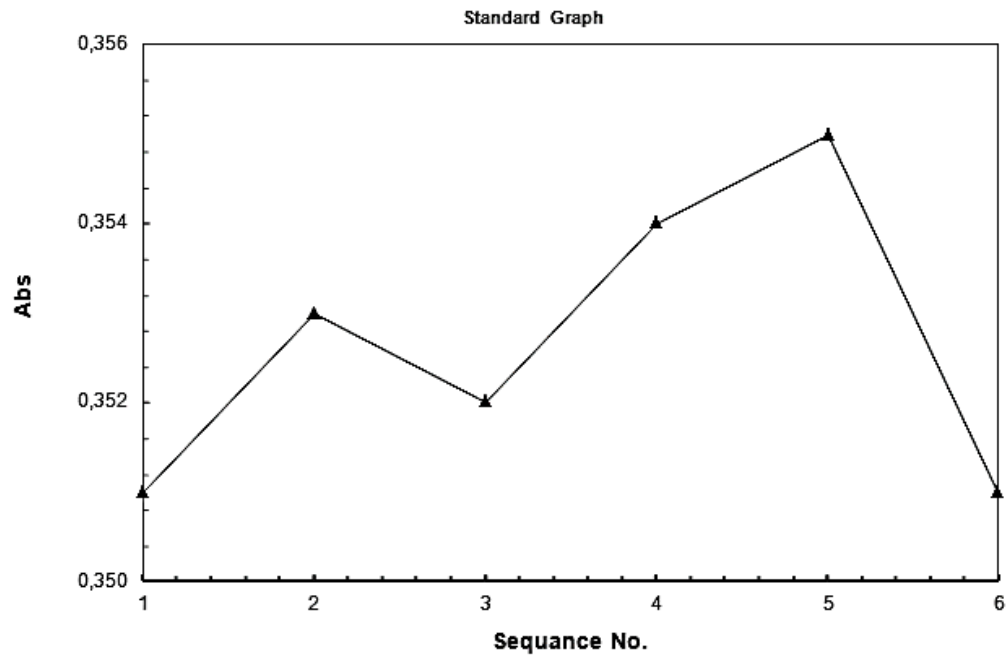
$$r = \frac{5,2234}{5,22351} = 0,9997$$

Lampiran 8. Hasil pengukuran absorbansi sampel madu tidak bermerek A

Sample Table Report

04/10/2025 09:10:15 AM

File Name : \Documents spektro\Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva Sampel madu tidak bermerek A



Sample Table

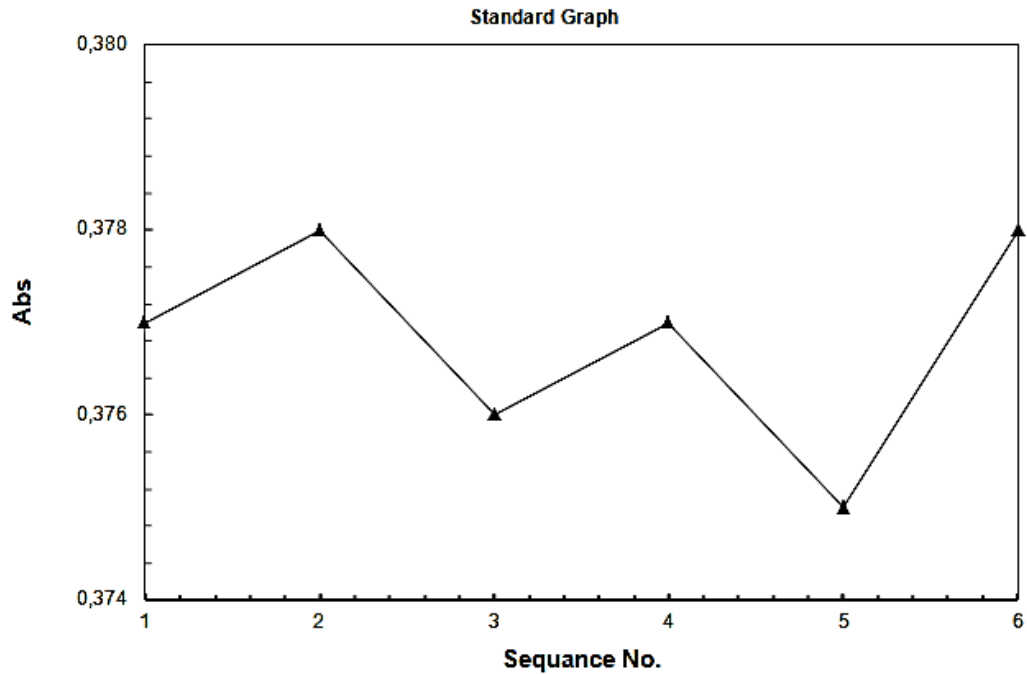
	Sample ID	Type	WL 314,60	Comments
1	Madu tidak bermerek A 1	Unknown	0,3510	
2	Madu tidak bermerek A 2	Unknown	0,3530	
3	Madu tidak bermerek A 3	Unknown	0,3520	
4	Madu tidak bermerek A 4	Unknown	0,3540	
5	Madu tidak bermerek A 5	Unknown	0,3550	
6	Madu tidak bermerek A 6	Unknown	0,3510	
7				

Lampiran 9. Hasil pengukuran absorbansi sampel madu tidak bermerek B

Sample Table Report

04/10/2025 09:30:05 AM

File Name : \Documents spektro\Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva Sampel madu tidak bermerek B



Sample Table

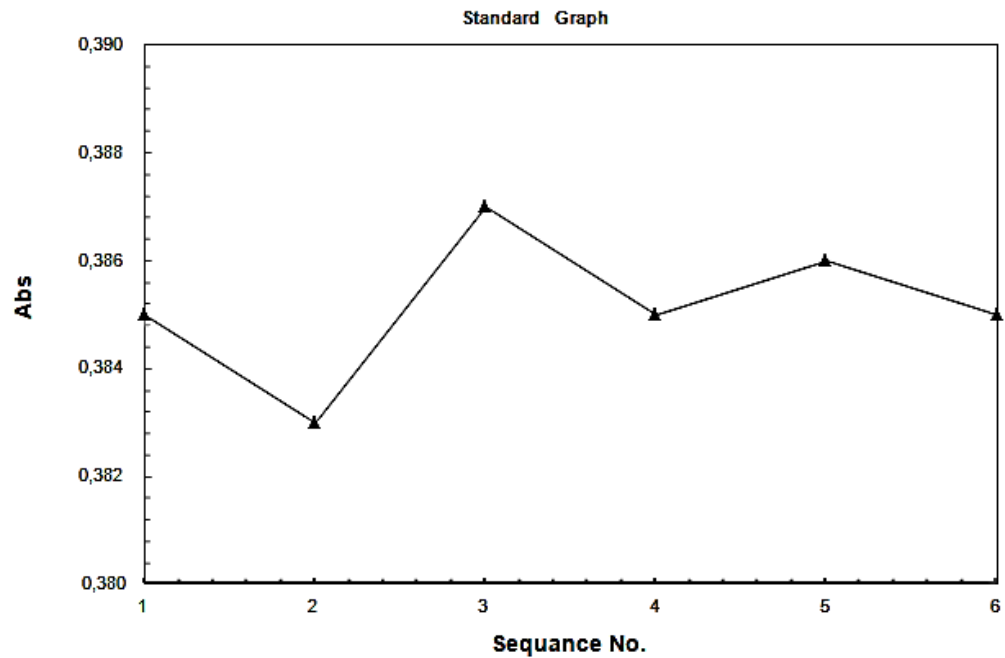
	Sample ID	Type	WL 314,60	Comments
1	Madu tidak bermerek B 1	Unknown	0,3770	
2	Madu tidak bermerek B 2	Unknown	0,3780	
3	Madu tidak bermerek B 3	Unknown	0,3760	
4	Madu tidak bermerek B 4	Unknown	0,3770	
5	Madu tidak bermerek B 5	Unknown	0,3750	
6	Madu tidak bermerek B 6	Unknown	0,3780	
7				

Lampiran 10. Hasil pengukuran absorbansi sampel madu tidak bermerek C

Sample Table Report

04/10/2025 09:50:25 AM

File Name : \Documents spektro\Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva Sampel madu tidak bermerek C



Sample Table

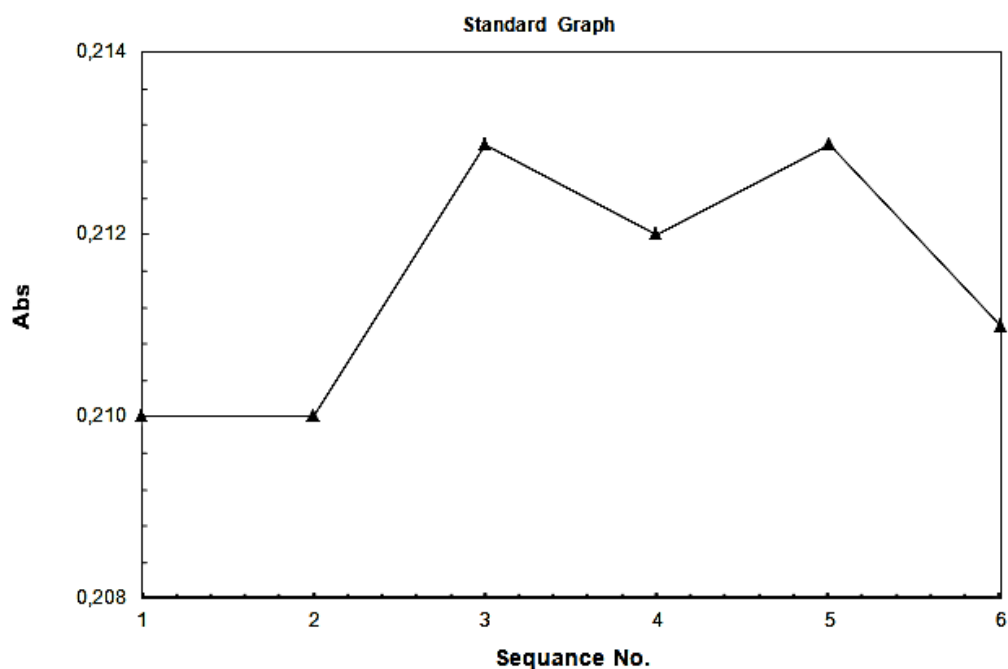
	Sample ID	Type	WL 314,60	Comments
1	Madu tidak bermerek C 1	Unknown	0,3850	
2	Madu tidak bermerek C 2	Unknown	0,3830	
3	Madu tidak bermerek C 3	Unknown	0,3870	
4	Madu tidak bermerek C 4	Unknown	0,3850	
5	Madu tidak bermerek C 5	Unknown	0,3860	
6	Madu tidak bermerek C 6	Unknown	0,3850	
7				

Lampiran 11. Hasil pengukuran absorbansi sampel madu merk Sakinah

Sample Table Report

04/10/2025 10:15:25 AM

File Name : \Documents spektro\Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva Madu merek Sakinah



Sample Table

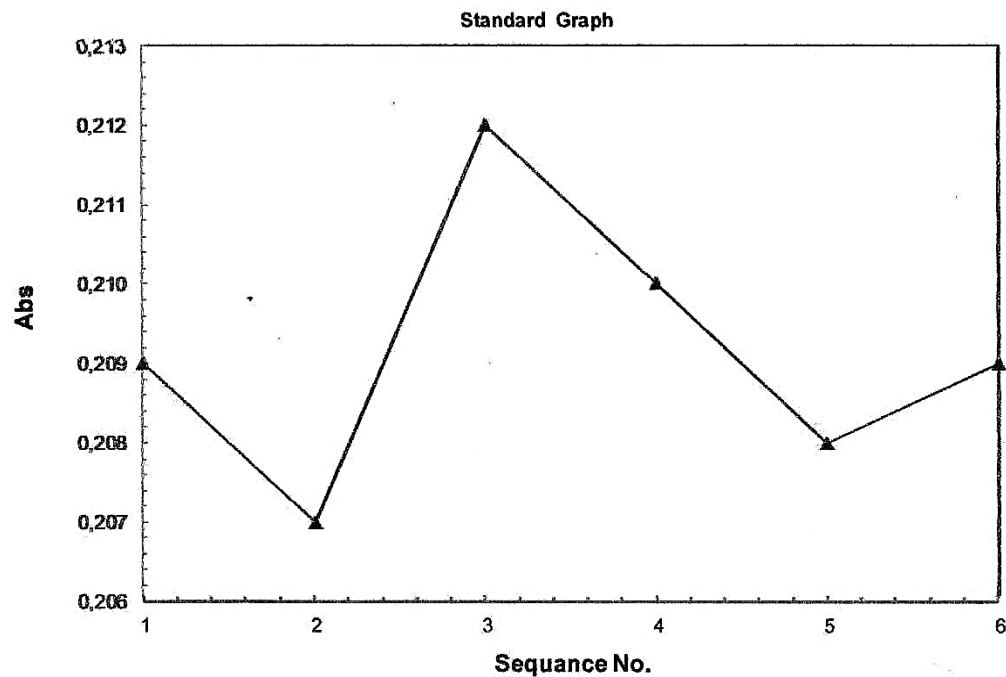
	Sample ID	Type	WL 314,60	Comments
1	Madu merek Sakinah 1	Unknown	0,2100	
2	Madu merek Sakinah 2	Unknown	0,2100	
3	Madu merek Sakinah 3	Unknown	0,2130	
4	Madu merek Sakinah 4	Unknown	0,2120	
5	Madu merek Sakinah 5	Unknown	0,2130	
6	Madu merek Sakinah 6	Unknown	0,2110	
7				

Lampiran 12. Hasil pengukuran absorbansi sampel madu merek Amanah

Sample Table Report

04/10/2025 10:30:45 AM

File Name : \Documents spektro\Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva
Madu merek Amanah



Sample Table

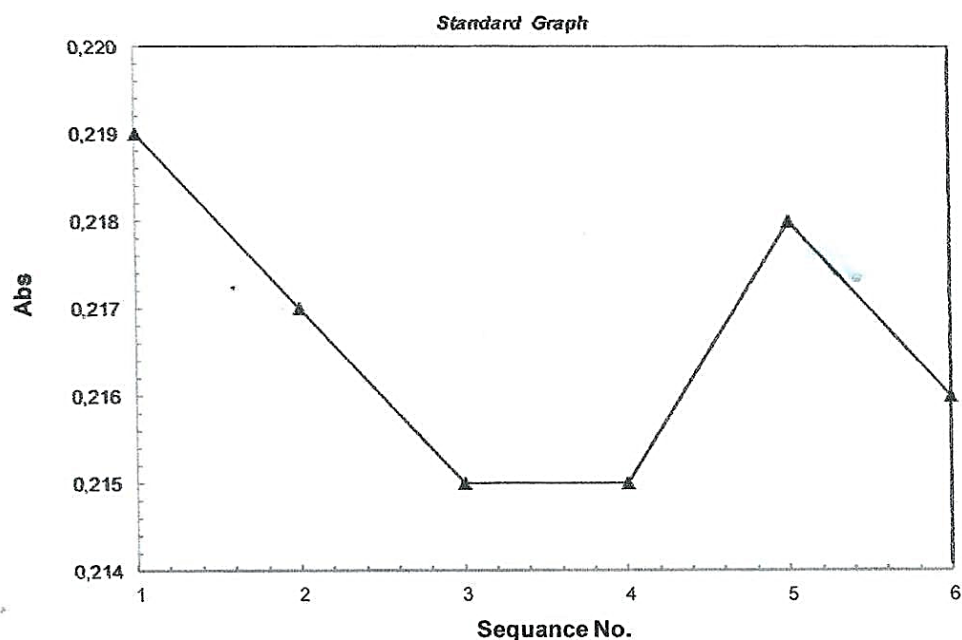
	Sample ID	Type	WL 314,60	Comments
1	Madu merek Amanah 1	Unknown	0,2090	
2	Madu merek Amanah 2	Unknown	0,2070	
3	Madu merek Amanah 3	Unknown	0,2120	
4	Madu merek Amanah 4	Unknown	0,2100	
5	Madu merek Amanah 5	Unknown	0,2080	
6	Madu merek Amanah 6	Unknown	0,2090	
7				

Lampiran 13. Hasil pengukuran absorbansi sampel madu merek Nusantara

Sample Table Report

04/10/2025 10:45:55 AM

File Name : \Documents spektro\Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva
Madu merek Nusantara



Sample Table

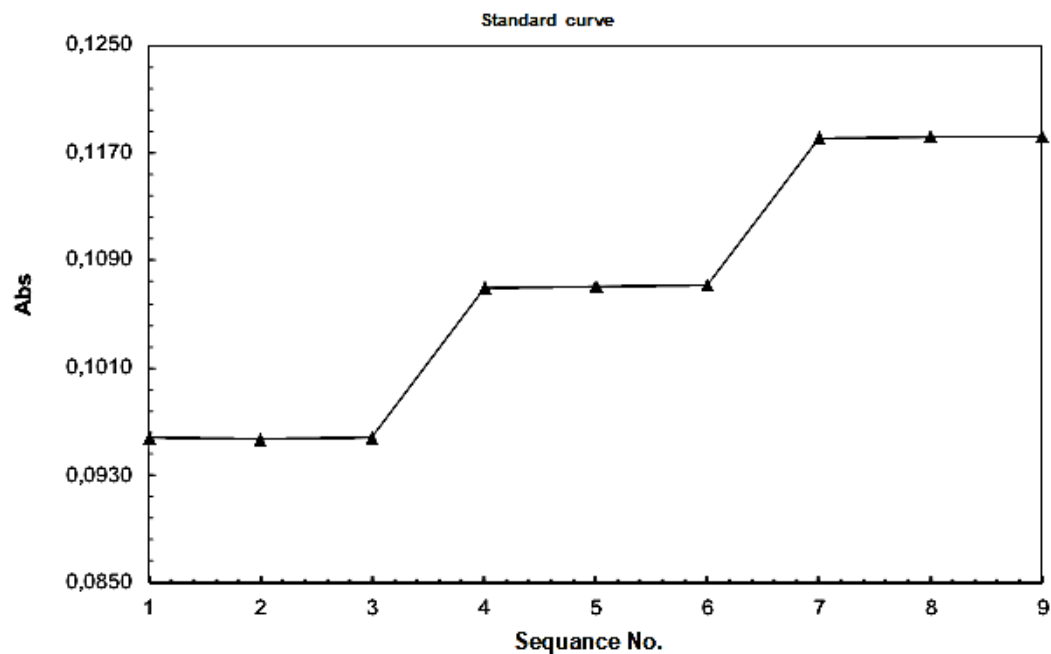
	Sample ID	Type	WL 314,60	Comments
1	Madu merek Nusantara 1	Unknown	0,2190	
2	Madu merek Nusantara 2	Unknown	0,2170	
3	Madu merek Nusantara 3	Unknown	0,2150	
4	Madu merek Nusantara 4	Unknown	0,2150	
5	Madu merek Nusantara 5	Unknown	0,2180	
6	Madu merek Nusantara 6	Unknown	0,2160	
7				

Lampiran 14. Hasil pengukuran absorbansi *recovery* sebelum penambahan baku natrium siklamat

Sample Table Report

04/10/2025 11:10:15 AM

File Name : \Documents spektro\Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva
Recovery sebelum penambahan baku natrim siklamat



Sample Table

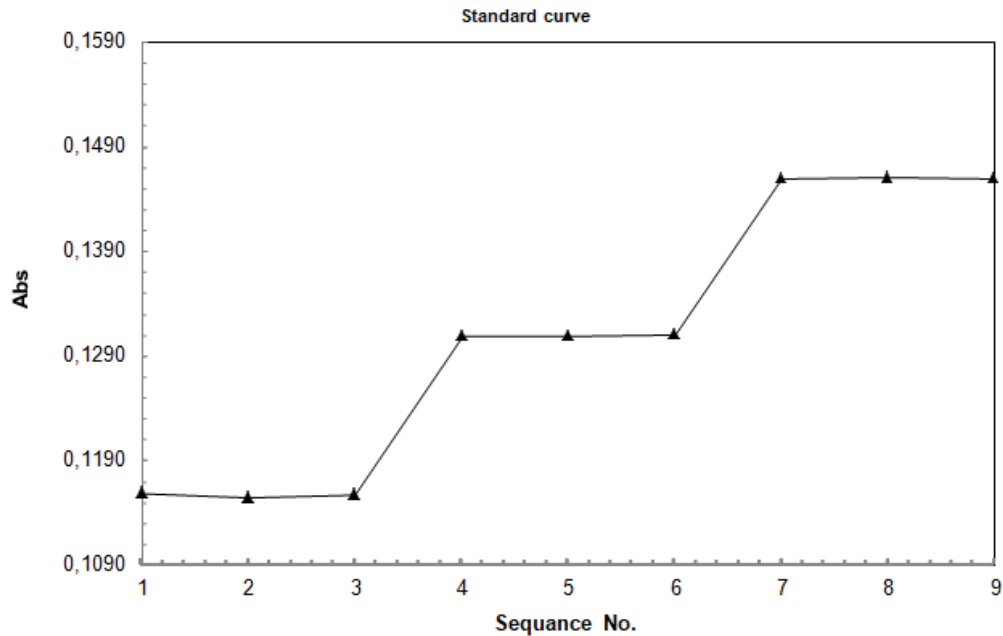
	Sample ID	Type	WL 314,60	Comments
1	Madu tidak bermerek A 1	Rentang Spesifik 80 % 1	0,0958	
2	Madu tidak bermerek A 2	Rentang Spesifik 80 % 2	0,0957	
3	Madu tidak bermerek A 3	Rentang Spesifik 80 % 3	0,0958	
4	Madu tidak bermerek A 4	Rentang Spesifik 100 % 1	0,1069	
5	Madu tidak bermerek A 5	Rentang Spesifik 100 % 2	0,1070	
6	Madu tidak bermerek A 6	Rentang Spesifik 100 % 3	0,1071	
7	Madu tidak bermerek A 7	Rentang Spesifik 120 % 1	0,1181	
8	Madu tidak bermerek A 8	Rentang Spesifik 120 % 2	0,1182	
9	Madu tidak bermerek A 9	Rentang Spesifik 120 % 3	0,1182	
10				

Lampiran 15. Hasil pengukuran absorbansi *recovery* setelah penambahan baku natrium siklamat

Sample Table Report

04/10/2025 11:50:30 AM

File Name : \Documents spektro\Penelitian Kamelia- STIKes INDAH.fix\Kurva Recovery setelah penambahan baku natrim siklamat



Sample Table

	Sample ID	Type	WL 314,60	Comments
1	Madu tidak bermerek A 1	Rentang Spesifik 80 % 1	0,1159	
2	Madu tidak bermerek A 2	Rentang Spesifik 80 % 2	0,1155	
3	Madu tidak bermerek A 3	Rentang Spesifik 80 % 3	0,1158	
4	Madu tidak bermerek A 4	Rentang Spesifik 100 % 1	0,1309	
5	Madu tidak bermerek A 5	Rentang Spesifik 100 % 2	0,1309	
6	Madu tidak bermerek A 6	Rentang Spesifik 100 % 3	0,1311	
7	Madu tidak bermerek A 7	Rentang Spesifik 120 % 1	0,1460	
8	Madu tidak bermerek A 8	Rentang Spesifik 120 % 2	0,1462	
9	Madu tidak bermerek A 9	Rentang Spesifik 120 % 3	0,1460	
10				

Lampiran 16. Contoh perhitungan kadar siklamat di dalam sampel

Sebagai contoh diambil data hasil pengukuran dari sampel madu tidak bermerek A

$$\text{BM natrium siklamat} = 201,22$$

$$\text{BM asam siklamat} = 179,22$$

Sampel ditimbang sebanyak 1,1025 gram diekstraksi dan diencerkan di dalam labu

50 mL, dipipet 1 mL di encerkan dalam labu 25 mL (pengenceran: $\frac{25 \text{ mL}}{1 \text{ mL}}$)

$$\text{Persamaan Regresi : } Y = 0,07462 X + 0,0038$$

Data percobaan Absorbansi sampel : 0,351

$$\text{Konsentrasi Na-siklamat} = \frac{0,351 - 0,0038}{0,07462} = 0,300 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

$$\text{Kadar natrium siklamat} = \frac{\text{Konsentrasi siklamat } (\mu\text{g/mL}) \times \text{volume (mL)}}{\text{Bobot sampel (g)}}$$

$$\text{Kadar natrium siklamat} = \frac{0,351 \text{ } \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL}}{1,1025} \times \frac{25 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} = 375,09 \text{ g/kg}$$

$$\text{Kadar asam siklamat} = \frac{\text{BM asam siklamat}}{\text{BM natrium siklamat}} \times \text{kadar Natrium siklamat}$$

$$= \frac{179,22}{201,22} \times 375,09 \text{ g/kg}$$

$$= 303,024 \text{ g/kg}$$

Dengan cara yang sama di hitung 6 replikasi dan untuk sampel lainnya, hasilnya dapat di lihat pada lampiran 18

Lampiran 17. Contoh perhitungan data secara statistik

1. Perhitungan Standar Deviasi dan t_{hitung}

Sebagai contoh diambil data hasil penentuan dari sampel madu tidak bermerek A

No.	Presentase Asam siklamatt (%) (X)	$X - \bar{X}$	$(X - \bar{X})^2$
1.	303,024	-1,6860	2,8426
2.	305,044	0,3336	0,1113
3.	304,034	-0,6762	0,4572
4.	306,053	1,3435	1,8049
5.	307,063	2,3533	5,5380
6.	303,024	-1,6860	2,8426
N = 6	$\sum X = 1828,2422 \text{ mg/Kg}$ $\bar{X} = 304,7070 \text{ mg/Kg}$		$\sum (X - \bar{X})^2 =$ 13,5967

$$\text{Standar deviasi (SD)} = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n-1}} = \frac{13,5967}{5} = 1,65$$

Dasar penolakan data adalah apabila $t_{hitung} > t_{tabel}$ dengan tingkat kepercayaan 99%

$\alpha = 0,01$; $n = 6$, $dk = 5$ dan $t_{tabel} = 4,032$

$$1. t_{hitung} = \left| \frac{X - \bar{X}}{\frac{SD}{\sqrt{n}}} \right| = \left| \frac{303,024 - 304,707}{\frac{1,65}{\sqrt{6}}} \right| = \frac{1,6830}{0,6734} = 2.50$$

$$2. t_{hitung} = \left| \frac{X - \bar{X}}{\frac{SD}{\sqrt{n}}} \right| = \left| \frac{305,044 - 304,707}{\frac{1,65}{\sqrt{6}}} \right| = \frac{0,3306}{0,6734} = 0.50$$

$$3. t_{hitung} = \left| \frac{X - \bar{X}}{\frac{SD}{\sqrt{n}}} \right| = \left| \frac{304,034 - 304,707}{\frac{1,65}{\sqrt{6}}} \right| = \frac{0,6732}{0,6734} = 1.00$$

$$4. t_{hitung} = \left| \frac{X - \bar{X}}{\frac{SD}{\sqrt{n}}} \right| = \left| \frac{306,053 - 304,707}{\frac{1,65}{\sqrt{6}}} \right| = \frac{1,3464}{0,6734} = 2.00$$

$$5. t_{hitung} = \left| \frac{X - \bar{X}}{\frac{SD}{\sqrt{n}}} \right| = \left| \frac{307,063 - 304,707}{\frac{1,65}{\sqrt{6}}} \right| = \frac{2,3563}{0,6734} = 3.50$$

$$6. t_{hitung} = \left| \frac{X - \bar{X}}{\frac{SD}{\sqrt{n}}} \right| = \left| \frac{303,024 - 304,707}{\frac{1,65}{\sqrt{6}}} \right| = \frac{1,6830}{0,6734} = 2.50$$

Lampiran 17. (Lanjutan)

Seluruh t_{hitung} dari ke-6 perlakuan $< t_{tabel}$, (4,032). berarti semua data ini bisa diterima.

2. Menghitung kadar asam siklamat sebenarnya

$$\text{Kadar asam siklamat sebenarnya} = 304,71 \pm t_{(1-1/2\alpha)} \times \frac{SD}{\sqrt{6}}$$

$$\text{Kadar asam siklamat rata-rata } (\bar{X}) = 304,71 \text{ mg/Kg}$$

$$\text{Standar deviasi (SD)} = 1,65$$

$$\text{Kadar asam siklamat sebenarnya} = 304,71 \pm 4,032 \times \frac{1,65}{2,449}$$

$$\text{Kadar asam siklamat sebenarnya} = (304,71 \pm 2,71) \text{ mg/kg}$$

Dengan cara yang sama dihitung untuk sampel lainnya, data selengkapnya dapat dilihat pada lampiran 18

Lampiran 18. (lanjutan)

No	Sampel	Berat sampel (g)	Absoransi (x)	Konsentrasi Na. Siklamat (µg/ml)	Kadar Na. siklamat dalam 50 ml x pengenceran 1 ml dalam 25 ml (µg)	Kadar Na.Siklamat dalam sampel (mg/kg)	Kadar Asam siklamat dalam sampel (mg/kg)
5	Madu bermerek Amanah	1,0015	0,209	0,158	197,594	196,03	174,59
			0,207	0,156	195,094	193,55	172,38
			0,212	0,161	201,344	199,75	177,91
			0,210	0,159	198,844	197,27	175,70
			0,208	0,157	196,344	194,79	173,49
			0,209	0,158	197,594	196,03	174,59
	Kadar Rata-rata Asam siklamat di dalam sampel = 174,78 mg/kg Standar deviasi = 1,90 Kadar Asam siklamat di dalam sampel sebenarnya = (174,78 ± 3,13) mg/kg						
6	Madu bermerek Nusantara a	1,0105	0,219	0,168	210,094	208,43	185,64
			0,217	0,166	207,594	205,95	183,43
			0,215	0,164	205,094	203,47	181,22
			0,215	0,164	205,094	203,47	181,22
			0,218	0,167	208,844	207,19	184,53
			0,216	0,165	206,344	204,71	182,33
Kadar Rata-rata Asam siklamat di dalam sampel = 183,06 mg/kg Standar deviasi = 1,80 Kadar Asam siklamat di dalam sampel sebenarnya = (183,06 ± 2,97) mg/kg							

Lampiran 19. Contoh perhitungan validasi metode (persen *recovery*) siklamat

Uji *recovery* dilakukan dengan 3 rentang spesifik : 80%; 100%, dan 120%

Tiap rentang terdiri dari campuran 70% analit dan 30% baku

Dibuat larutan natrium siklamat 50 mg sampai 100 ml = 500 µg/ml

Dipipet 1 ml diencerkan dalam labu tentukur sampai 100 ml

Maka konsentrasi natrium siklamat = $1 \text{ ml} \times 500 / 100 = 5 \text{ µg/ml}$

Kemurnian natrium siklamat = 98.77 %

Maka natrium siklamat baku yang ditimbang = $\frac{100\%}{98,77\%} \times 50 \text{ mg} = 50,66 \text{ mg}$

Ditimbang seksama natrium siklamat baku setara dengan 50 mg (= 50,66 mg)

Dilarutkan sampai garis tanda 100 ml maka konsentrasi = 500 µg/ml

Dipipet 1 ml diencerkan dalam labu tentukur sampai 100 ml

Maka diperoleh konsentrasi larutan baku natrium siklamat yang dibuat

$$= 1 \text{ mL} \frac{500 \text{ µg}}{100 \text{ mL}} \times 5 \text{ µg/mL}$$

Untuk uji *recovery* diambil sampel madu tidak bermerek A, dilakukan 3 rentang spesifik : 80%; 100%, dan 120%

Rentang spesifik 80%

$$\text{Natrium siklamat diambil } 80\% = \frac{80}{100} \times 100 \text{ mg} = 80 \text{ mg}$$

$$\text{Natrium siklamat dari analit (sampel) } 70\% = \frac{70}{100} \times 80 \text{ mg} = 56 \text{ mg}$$

$$\text{Natrium siklamat dari baku } 30\% = \frac{30}{100} \times 80 \text{ mg} = 24 \text{ mg}$$

Diambil data hasil penetapan kadar asam siklamat dari madu tidak bermerek A

Kadar asam siklamat yang diperoleh = 303,02 mg/Kg

Lampiran 19. (Lanjutan)

Sampel madu tidak bermerek A diambil setara dengan 56 mg natrium siklamt

$$= \frac{56 \text{ mg}}{303,02 \text{ mg}} \times 1000 = 184,81 \text{ mg}$$

Konsentrasi natrium siklamat baku yang dibuat

$$= 1 \text{ ml} \times 500 \text{ } \mu\text{g/ml} / 100 \text{ ml} = 5 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

Natrium siklamat baku yang ditambahkan = 24 μg digenapkan menjadi 25 μg

Maka larutan baku natrium siklamat yang ditambahkan = 5 ml

Rentang spesifik 100%

$$\text{Natrium siklamat diambil } 100\% = \frac{100}{100} \times 100 \text{ mg} = 100 \text{ mg}$$

$$\text{Natrium siklamat dari analit (sampel) } 70\% = \frac{70}{100} \times 100 \text{ } \mu\text{g} = 70 \text{ } \mu\text{g}$$

$$\text{Natrium siklamat dari baku } 30\% = \frac{30}{100} \times 100 \text{ } \mu\text{g} = 30 \text{ } \mu\text{g}$$

Diambil data hasil penetapan kadar asam siklamat dari madu tidak bermerek A

Kadar asam siklamat yang diperoleh = 303,02 mg/Kg

Sampel madu yang tidak bermerek A diambil setara dengan 70 natrium siklamt

$$= \frac{70 \text{ mg}}{303,02 \text{ mg}} \times 1000 = 231,01 \text{ mg}$$

Konsentrasi natrium siklamat baku yang dibuat

$$= 1 \text{ ml} \times 500 \text{ } \mu\text{g/ml} / 100 \text{ ml} = 5 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

Natrium siklamat baku yang ditambahkan = 30 μg

Maka larutan baku natrium siklamat yang ditambahkan = 6 ml

Rentang spesifik 120%

$$\text{Natrium siklamat diambil } 120\% = \frac{120}{100} \times 100 \text{ mg} = 120 \text{ mg}$$

Lampiran 19. (Lanjutan)

Natrium siklalat dari analit (sampel) $70\% = \frac{70}{100} \times 120 \mu\text{g} = 84 \text{ mg}$

Natrium siklalat dari baku $30\% = \frac{30}{100} \times 120 \mu\text{g} = 36 \text{ mg}$

Diambil data hasil penetapan kadar asam siklalat dari madu tidak bermerek A

Kadar asam siklalat yang diperoleh = 303,02 mg/Kg

Sampel madu yang tidak bermerek A diambil setara dengan 84 natrium siklalat

$$= \frac{84 \text{ mg}}{303,02 \text{ mg}} \times 1000 = 277,21 \text{ mg}$$

Konsentrasi natrium siklalat baku yang dibuat

$$= 1 \text{ ml} \times 500 / 100 = 5 \mu\text{g/ml}$$

Natrium siklalat baku yang ditambahkan = 36 μg , dibulatkan menjadi = 35 μg

Maka larutan baku natrium siklalat yang ditambahkan = 7 ml

Masing masing campuran rentang spesifik 80%, 100%, dan 120%

Dikerjakan dengan cara yang sama dengan pengerjaan sampel sebelum dan sesudah ditambah baku natrium siklalat, Maka diperoleh absorbansi sampel sebelum dan setelah penambahan baku, dikerjakan 3 kali Dihitung bobot perolehan asam siklalat sebelum dan sesudah penambahan baku natrium siklalat

Dihitung persen *recovery*

$$= \frac{\text{Perolehan bobot asam siklalat (setelah di + baku - sebelum di + baku) mg}}{\text{Bobot natrium siklalat baku yang ditambahkan}}$$

Contoh perhitungan uji Persen Recovery

Sebagai contoh diambil pada rentang spesifik 80%

Sebelum penambahan baku natrium siklalat

Ditimbang sampel madu tidak bermerek A = 184,81 mg

Lampiran 19. (Lanjutan)

Dilarutkan dalam sampai 50 ml, dipipet 1 ml diencerkan sampai 25 mL,

Absorbansi pada pengukuran diperoleh = 0,0958

Persamaan garis regresi : $Y = 0,0075 X + 0,0038$

$$X = \frac{0,0958 - 0,0038}{0,0075} = 0,045 \text{ } \mu\text{g/ml}$$

X (Konsentrasi natrium siklamat yang diperoleh) = 0,045 $\mu\text{g/mL}$

Bobot perolehan asam siklamat sebelum penambahan baku asam siklamat

$$= 0,045 \text{ } \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL} \times \frac{25 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} = 56,09 \text{ } \mu\text{g}$$

Setelah penambahan baku natrium siklamat

Ditimbang sampel madu tidak bermerek A = 184,81 mg

Dilarutkan dalam sampai 50 ml, dipipet 1 ml diencerkan sampai 25 mL,

Absorbansi pada pengukuran diperoleh = 0,1159

Persamaan garis regresi : $Y = 0,0075 X + 0,0038$

$$X = \frac{0,1159 - 0,0038}{0,0075} = 0,065 \text{ } \mu\text{g/mL}$$

X (Konsentrasi natrium siklamat yang diperoleh) = 0,065 $\mu\text{g/mL}$

Bobot perolehan asam siklamat setelah penambahan baku asam siklamat

$$= 0,065 \text{ } \mu\text{g/mL} \times 50 \text{ mL} \times \frac{25 \text{ mL}}{1 \text{ mL}} = 81,22 \mu\text{g}$$

Baku asam siklamat yang ditambahkan = 25 μg (25 ml dari larutan 1 μg / ml)

Lampiran 19. (Lanjutan)

Metode Spektrofotometri UV-Vis cukup akurat digunakan untuk penetapan kadar siklamat di dalam sampel madu tidak bermerek dan yang bermerek, karena persen *recovery* yang diperoleh adalah 99,78% berada pada rentang 98 % - 102 %. Pekerjaan yang dilakukan cukup seksama/teliti karena relatif standar deviasi (RSD) yang diperoleh adalah 0,45 % lebih kecil dari 2,5 %

Lampiran 20. Tabel Distribusi t

TABEL II
NILAI-NILAI DALAM DISTRIBUSI t

α untuk uji dua fihak (two tail test)						
	0,50	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01
α untuk uji satu fihak (one tail test)						
dk	0,25	0,10	0,05	0,025	0,01	0,005
1	1,000	3,078	6,314	12,706	31,821	63,657
2	0,816	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925
3	0,765	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841
4	0,741	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604
5	0,727	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032
6	0,718	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707
7	0,711	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499
8	0,706	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355
9	0,703	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250
10	0,700	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169
11	0,697	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106
12	0,695	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055
13	0,692	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012
14	0,691	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977
15	0,690	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947
16	0,689	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921
17	0,688	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898
18	0,688	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878
19	0,687	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861
20	0,687	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845
21	0,686	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831
22	0,686	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819
23	0,685	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807
24	0,685	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797
25	0,684	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787
26	0,684	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779
27	0,684	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771
28	0,683	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763
29	0,683	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756
30	0,683	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750
40	0,681	1,303	1,684	2,021	2,423	2,704
60	0,679	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660
120	0,677	1,289	1,658	1,980	2,358	2,617
∞	0,674	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576



STIKes INDAH MEDAN
PERPUSTAKAAN
 Jl. Saudara Ujung No. 110 Simpang Limun Medan
 Telp. 061-7869045
 Email : admstikesindahmdn@gmail.com
www.stikesindah-medan.ac.id

SURAT KETERANGAN
BEBAS PUSTAKA (SKBP)
06/Stikes Indah/D.13/XII/2025

Kepala Perpustakaan STIKes Indah Medan, menyatakan bahwa :

Nama : Kamelia
 NIM : 2105014
 No. Telepon/Hp : 082286750427
 Alamat : Jl. Panglima, Kota Dumai
 Program Studi : SI Farmasi

Tidak mempunyai tagihan buku dan denda pada perpustakaan STIKes Indah Medan. Surat keterangan ini merupakan salah satu syarat bagi mahasiswa yang akan mengambil Ijazah, pindah kampus, cuti / penundaan kegiatan akademis dan / atau berhenti menjadi mahasiswa.

Kepala Perpustakaan



Desy Arisandi Harahap, S.S.I