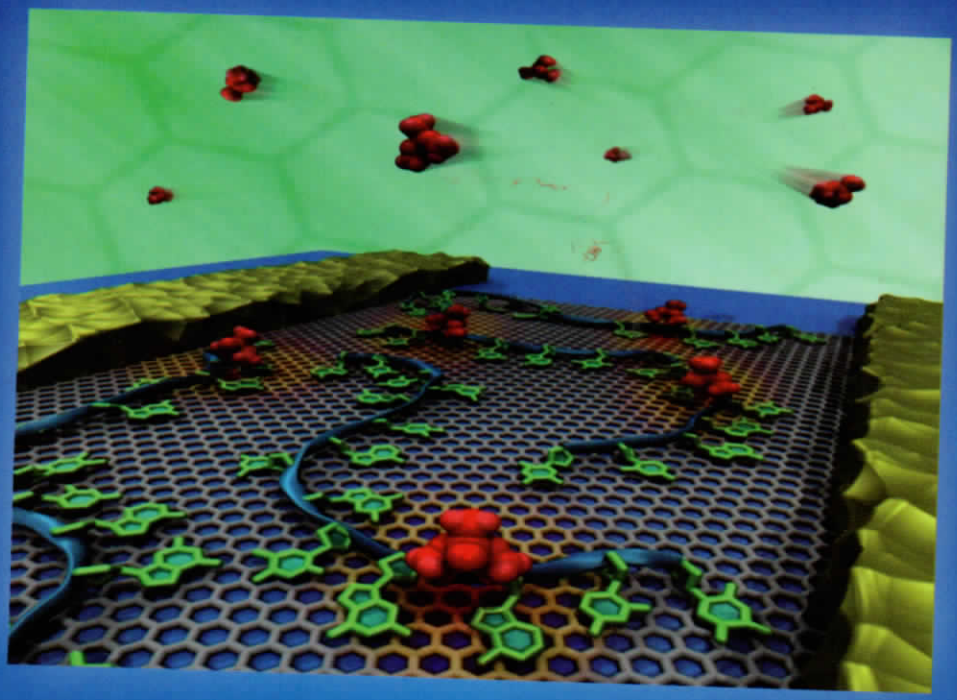
Himpunan Kimia Indonesia
Cabang Sumatera Barat

Prosiding

SEMINAR NASIONAL HKI CBG. SUMBAR

SEMINAR NASIONAL
KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA

Padang, 7 Desember 2013



Penelitian Sains Terapan dan Pendidikan Dalam Mendukung Kemandirian Bangsa dan Peningkatan Mutu Pendidikan

HIMPUNAN KIMIA INDONESIA
(HKI) CABANG SUMBAR

PROSIDING
SEMINAR NASIONAL

"Penelitian Sains Terapan dan Pendidikan dalam Mendukung Kemandirian Bangsa dan Peningkatan Mutu Pendidikan"

1 (satu) jilid; A4
373 Hal

ISBN : 978-602-17878-2-3

Hak Cipta© 2014 pada Penulis
Dilarang mengutip sebagian atau seluruh isi buku ini dengan cara apapun, termasuk dengan cara penggunaan mesin fotocopy, tanpa izin sah dari penerbit

Percetakan : Sukabina
Penyusun : Himpunan Kimia Indonesia Cabang Sumbar
Editor : Prof. Dr. Novesar Jamarun
Prof. Dr. Syukri Arief
Prof. Dr. Safni
Prof. Dr. Saryono
Prof. Dr. Jhon Hendri
Dr. Djaswir Darwis
Dr. Mawardi
Dr. Zulhadjri
Dr. Budhi Oktavia
Dr. Ananda Putra
Dr. Diana Vanda Wellia
Imelda, M.Si.
Layout : Sari Jumiatti
Desain Sampul : Jafril

Hak Cipta dilindungi Undang-undang
Isi diluar tanggung jawab Penerbit dan Percetakan

ISBN. 978-602-17878-2-3

Tim Editorial

- Prof. Dr. Novesar Jamarun
- Prof. Dr. Syukri Arief
- Prof. Dr. Safni
- Prof. Dr. Saryono
- Prof. Dr. Jhon Hendri
- Dr. Djaswir Darwis
- Dr. Mawardi
- Dr. Zulhadjri
- Dr. Budhi Oktavia
- Dr. Ananda Putra
- Dr. Diana Vanda Wellia
- Imelda, MSi.

Panitia Seminar

Pengarah : Prof. Dr. Novesar Jamarun
Prof. Dr. Ali Amran
Prof. Dr. Edison Munaf
Prof. Dr. Hazli Nurdin
Dr. Adlis Santoni
Andromeda, MSi
Dr. Hardeli
Prof. Dr. Syukri Arief

Ketua : Dr. Syukri

Wakil Ketua : Dr. Zulhadjri
Dr. M. Taufik Eka Prasada

Sekretaris : Dr. Budhi Oktavia

Wk.Sekretaris : M. Ikhlas Armin, MSc.

Bendahara : Andromeda, MSi.

Seksi Ilmiah dan Prosiding :
Prof. Dr. Safni, Dr. Mai Efdi, Imelda, MSi., Dr. Ananda Putra, Dr. Diana Vanda Wellia, Dr. Mawardi, Dr. Jon Effendi

Seksi Sekretariat dan Acara:
Olly Norita Tetra, MSi, Sherly Kasuma W.N., MSi, Hary Sanjaya, MSi.

Seksi Humas dan Dokumentasi :
Edi Nasra, MSi, Dr. Indang Dewata, Dr. Upita Septiani, Dra.Asnailis, Fitri Amelia, MSi., Elda Pelita, MSi.

Seksi Dana :
Rahmayeni, MS, Dr. Djaswir Darwis, , Dr. Eti Yerizel, Dr.Zulkarnain Chaidir

Seksi Konsumsi :
Marniati Salim, MS, Iryani, MS, Dr. Refilda, Bayharti, MSc., Sri Benti Etika, MSi

Seksi Perlengkapan dan Tempat :
Hazil Anwar, MSi, Yerimadesi, Msi, Deski Beri, MSi, Yulizar Yusuf, MS, Zamzibar Zuki, MP., Refinel, MS,., Dr. Zilfa, Eli Desni Rahman, M.Si

Seksi Transportasi :
Iswendi, MS, Dr. Afrizal, Bustanul Arifin, MS, Indrawati, MS, Ike Yolanda, MSi

ISBN. 978-602-17878-2-3

Daftar Isi

Tim Editor dan Panitia Seminar v

Kata Sambutan Ketua HKI Cabang Sumbar vii

Kata Pengantar ix

Daftar Isi xi

Daftar Acara Seminar xv

Dinamika Kelarutan *Methyl Tymol Blue* (MTB) dalam Mikroemulsi Sistem Air, Tween-20 dan Sikloheksana oleh Ali Amran dan Deski Beri 1-6

Studi Kontaminasi Cu dan Zn dalam Sawi dan Kol pada Beberapa Daerah di Sumatera Barat oleh Amrin dan Edi Nasra 7-10

Sintesis Dan Karakterisasi Selulosa Bakterial Berserat Terorientasi Dalam Tabung Silikon oleh Ananda Putra 11-14

Amobilisasi Lipase Hasil Isolasi Dari*mucor Miehei* Dalam Matriks Opp untuk Esterifikasi Laktosa dan Asam Oleat oleh Anna Roosdiana, Rasjad Indra, Diah Mardiana, dan Hary Agustiawan 15-19

Preparasi Apatit Lantanum Silikat dengan Metode Hidrotermal Sederhana oleh Atiek Rostika Noviyanti, Solihudin, dan Rukiah 20-24

Profil Hormon Estrogen dan Progesteron Terhadap Tikus (*Rattus Norvegicus*) Model Kanker Mammae Yang Diinduksi DMBA (7,12-Dimethylbenz(A)Anthracene) oleh Aulia Firmawati, Anna Roosdiana, Dyah Ayu Oktavianie, dan Herawati 25-29

Karakterisasi Zeolit Alam Sebagai Fasa Diam pada Kromatografi Cair oleh Budhi Oktavia, Desy Kurniawati, dan Dasnawati 30-35

Sintesis Secara Enzimatis Alkilamida dari Minyak Inti Buah Ketapang dengan Substrat Urea oleh Dedy Suhendra, Erin Ryantin Gunawan, dan Murniati 36-43

Optimasi Analisis Fe, Co dan Ni Secara Simultan dengan Voltammetri Stripping Adsorptif (Adsv) Untuk Penentuan Logam Dalam Konsentrasi Runut oleh Deswati, Hamzar Suyani, Umiati Loekman, dan Hilfi Pardi 44-50

Pengaruh pH dan Variasi Fasa Gerak Terhadap Penentuan Kadar Asam Askorbat Dan Asam Benzoat Menggunakan HPLC oleh Desy Kurniawati, Budhi oktavia, Zul Afkar, dan Edi Nasra 51-57

Pemurnian Menggunakan Teknik Rekayasa Destilasi Penurunan Tekanan Terhadap Karakter Minyak Nilam oleh Diah Mardiana, Bambang Ismuyanto, dan A.S. Dwi Saptati 58-62

Penurunan Kadar Logam dalam Limbah Air Sungai dengan Menggunakan Mineral Alam Indonesia yang Teremban TiO_2 oleh Diana Rakhmawaty Eddy, Iwan Hastiawan, dan Yusi Deawati 63-70

Synthesis and Application of Sn-Doped TiO_2 Thin Films Prepared by Peroxo Sol-Gel Method oleh Diana V. Wellia, Tuti Mariana Lim, and Timothy Thatt Yang Tan 71-78

Identifikasi Betasianin dan Uji Antioksidan dari Ekstrak Daun Bayam Merah (*Amaranthus Tricolor L*) Sebagai Zat Warna Makanan oleh Djaswir Darwis, Yunazar Manjang, dan Fitri Yoni Yuliza 79-86

Efektivitas Surfaktan Terhadap Transportasi Fenol dalam Teknik Membran Cair Fasa Ruah oleh Djufri Mustafa, Zaharasmi Kahar, dan Khairunnisa 87-91

ISBN. 978-602-17878-2-3

Pretreatment Basa Terhadp Tongkol Jagung dan Aplikasinya dalam Produksi Bioetanol oleh Elida Mardiah, Mitra Oktavia, dan Zulkarnain Chaidir 92-97

Karakterisasi Resin Damar dan Zeolit dari *Bottom Ash* Sebagai Bahan Elektroda Superkapasitor oleh Emriadi, Admin Alif, Afdhal Muttaqin, dan Olly Norita Tetra 98-102

Silika Sekam Padi Sebagai Bahan Pengisi Membran Selulosa Asetat Untuk Pervaporasi Etanol-Air oleh Evy Ernawati, Solihudin, dan Iman Rahayu 103-106

Analisa Mineral Magnetik Dengan Metode Difraksi Sinar –X Pada Endapan Pasir Besi Di Kabupaten Padang Pariaman oleh Fadhilah 107-109

Fotodegradasi Senyawa *Methyl Violet* Menggunakan Sinar UV 254 nm Dengan Bantuan TiO_2/PEG Sebagai Fotokatalis oleh Hary Sanjaya dan Hardeli 110-115

Kajian Kelayakan Kimia Pasir Besi Daerah Padang Pariaman untuk Bahan Baku Semen pada PT. Semen Padang oleh Heri Prabowo, Fadhillah, dan Bambang Heriyadi 116-119

Pengaruh Pemberian Ekstrak Etanol *Curcuma Longa* L. Pada Tikus Model Diabetes Militus Terhadap Kadar Glukosa Darah dan Viabilitas Spermatozoa oleh Herlina Pratiwi dan Djoko Winarso 120-124

Studi Spektroskopi *Blending* Garam Logam Transisi MCl_2 (M = Mn, Fe, Co, Ni) dengan ZnO oleh Hidayaturrahmat, Eka Mai Sosila Detri, Prieta Rahmanda Putri, Rika Fitri Yeni, Admi, Emdeniz, Yetria Rilda, dan Syukri 125-128

Karakterisasi Berilium Porfirin Sebagai Bahan Dasar Fotodetektor oleh I Gusti Made Sanjaya, Gawang Pamungkas, dan Dian Novita 129-132

Studi Adsorpsi Atom Aluminium pada Permukaan Grafena dengan Metode Am1 dari Paket Hyperchem oleh Imelda, Emdeniz, dan Rikha Septiani Yuda 133-141

Pengaruh Suhu Sintering Terhadap Efektivitas Sintesis Biomaterial Kalsium Hidroksiapatit Dari Limbah Cangkang Kepiting oleh Indah Raya, Andi Ilham, dan M. Syahrul 142-148

Mempelajari Produksi Bioetanol dari Ampas Tebu dengan Pretreatment ($NaOH$-NH_4OH) Secara *Simultaneous Sacharification Fermentation Method* (SSF) oleh Marniati Salim, Elida Mardiah, dan Melysa Putri 149-152

Karakterisasi Material Alam Tanah Napa Sumatera Barat dengan X-Ray Fluorescence (XRF) oleh Mawardi, Hari Sanjaya, dan Desy Kurniawati 153-156

Aktivitas Antioksidan Kulit Biji Buah Pinang Yaki *Areca Vestiara* Giseke oleh Max R.J Runtuwene dan Paulina V.J. Yamlean 157-162

Identifikasi Gen 16S rRNA Bakteri Termofilik Yang Memperlihatkan Aktivitas Enzim Penghidrolisis Inulin Tipe Exo- Dari Sumber Air Panas Rimbo Panti oleh Minda Azhar, Sumaryati Syukur, Dessy Natalia, Mardaleni Fitri, Vovien Vionica, dan Jamsari 163-171

Fitoremediasi: Akumulasi Dan Distribusi Logam Berat Nikel, Cadmium Dan Chromium Dalam Tanaman *Ipomea reptana* oleh Muliadi, Deasy Liestianty, Yanny, dan Sabir Sumarna 172-176

Pektin Kulit Durian Sebagai Biosorben Logam Berat Pb oleh Nina Arlofa, Shohifah Annur, dan Retno Wulandari 177-180

Pengaruh Konsentrasi $Ca(OH)_2$ Terhadap Pembentukan *Precipitated Calcium Carbonat* oleh Novesar Jamarun dan Ramadanis 181-184

Pembuatan Material Komposit Kitin-Kitosan dari Limbah Kulit Udang oleh Rahmayeni, Yeni Stiadi, dan Refrani Andyta 185-191

Penggunaan Asap Cair Tempurung Kelapa Untuk Mempertahankan Kualitas Daging Ayam Broiler oleh Refilda, Nesa Wani Harahap, dan Indrawati 192-196

ISBN. 978-602-17878-2-3

Transpor Iodin Melalui Kloroform Dengan Vitamin C Sebagai Fasa Akseptor Dalam Teknik Membran Cair Fasa Ruah oleh Refinel, Imelda, dan Novas vania 197-202

Isolasi Pektin Jeruk Citrus Sinensis (L.) Osbeck Tersaponifikasi NaOH oleh Retno Wulandari 203-206

Parameter Sifat Fisika-Kimia Yang Berpengaruh dan Syarat Mutu Pada Minyak Nabati Teresterifikasi Parsial Untuk Motor Diesel Putaran Sedang oleh Roza Adriany 207-211

Analisis Komponen Minyak Atsiri Kulit Buah Jeruk Purut (*Citrus hystrix* DC.) Dan Uji Toksisitasnya Terhadap Larva Udang Laut (*Artemia salina* L.) oleh Rurini Retnowati, M.Farid Rahman, dan Kristanti Adhitakarya Palupi 212-217

Studi Komparasi Grafting Co(Ii)-Asetonitril pada Silika (Amorphous dan Semikristalin) oleh Rycce Sylviana Pratikha, Syukri, Novesar Jamarun, Benny Rio Fernandez, Syukri Arief, Emdeniz, Mai Efdi, dan Admi 218-221

Degradasi Rhodamin-B Secara Fotolisis Menggunakan Katalis TiO_2/Karbon Aktif yang Disintesis dengan Metode *Solid State* oleh Safni, Upita Septiani, dan Mega Gustiana 222-225

Preparasi Dan Karakterisasi Nanokomposit Polipropilena/Organobentonit Dengan Maleat Anhidrida Dan Divinyl Benzena Sebagai Kompatibilizer oleh Saharman Gea, Taufik Hidayat, Marpongahtun, dan Basuki Wirjosentono 226-231

Penggunaan Dedak Padi Sebagai Adsorben Logam Berat (Pb) dengan Aktivator NaOH oleh Shohifah Annur, Retno Wulandari, dan Nina Arlofa 232-236

Isolasi Flavonoid Dari Daun Tumbuhan Cincau Kepala *(Stephania capitata* (Blume.) Spreng.) oleh Sri Benti Etika, Yustini Maaruf, dan Zuri Fitria 237-240

Protease Ektraseluler dari *Pseudomonas Stutzeri A1* oleh Suharti, Aninda, Puji Lestari, Surjani Wonorahardjo, dan Evi Susanti 241-245

Kajian Sifat Fisikokimia Germanikol Sinamat Sebagai Preformulasi Sediaan Krim Tabir Surya oleh Suryati, Henny Lucida, dan Dachriyanus 246-251

Produksi Xilanase dari *Trichoderma Viride* Menggunakan Metode Fermentasi Semi-Padat dan Karakterisasinya oleh Sutrisno, Danar Purwonugroho, dan Anna Roosdiana 252-256

Ekstraksi Fraksi Non-Polar dari Biji Alpukat *Persea Americana* Mill dan Uji Aktivitas Sebagai Antibakteri oleh Sutrisno, Siti Marfu'ah, dan Laurent Oktaviana 257-262

Pengaruh Kondisi Reaksi pada Sintesis Zno Melalui Metoda Hidrotermal oleh Syukri Arief, Yosia Fanni, dan Zulhadjri 263-267

Senyawa Toksik dari Ekstrak Etil Asetat Daun Pisitan (*Lansium Domesticum* Corr. Cv *Piedjietan*) oleh Tri Mayanti , Cicia Firakania, Wawan Hermawan, Hikmat Kasmara, Dadan Sumiarsa, dan Euis Julaeha 268-271

Uji Pengaruh Pengikat Silang Metilenbisakrilamida (MBA) Terhadap Karakteristik Polimer Superabsorben Kitosan Tercangkok Asam Akrilat (AA) oleh Umi Baroroh Lili Utami dan Azidi Irwan 272-277

Sintesis Zeolit dari *Fly Ash* Batubara Pltu Ombilin pada Temperatur Rendah oleh Upita Septiani, Syukri Arief, dan Widya Yuliani Fatiha 278-283

Karakterisasi Lignin dari Serbuk Gergaji Kayu dengan Metoda Spektrofotometri Uv-Vis dan FTIR oleh Yerimadesi, Emriadi, dan Sribenti Etika 284-289

Sintesis dan Analisis Kemurnian dari Gypsum Sintetik oleh Yetria Rilda, Syukri Drajat, dan Kennedy 290-294

Analisis Polimorfisme Pro12ala Gen Ppar-Γ2 pada Penderita Diabetes Mellitus Tipe 2 Etnis Minangkabau oleh Yuni Ahda, Dewi Rahma Putri, dan Elsa Yuniarti 295-300

ISBN. 978-602-17878-2-3

Modifikasi Kimiawi Amilum dari Jagung untuk Pembuatan Alkil Poliglikosida Berbasis Alkohol Lemak oleh Zainuddin Muchtar, Taufik Wahyuda B, dan Ruppipen Limbong 301-305

Degradasi Pestisida (Permetrin) dengan Metoda Ozonolisis Menggunakan Tio_2/Zeolit Sebagai Katalis oleh Zilfa, Yulizar Yusuf, Safni, dan Ayu Permana Deli 306-311

Fasa Aurivillius Lapis Empat dalam Sistem Sr-Bi-La-Ti-Mn-O: Sintesis dan Karakterisasi Struktur oleh Zulhadjri, Rahmayeni, Rima Refelina Syafar, Pendri Trinanda, dan Syukri Arief 312-317

Studi Pendahuluan Pemanfaatan Jerami Padi Sebagai Bahan Baku Pembuatan Alkohol dengan Metode *Simultaneous Saccharification Fermentation* (SSF) oleh Zulkarnain Chaidir, Ikshan Marli, dan Marniati Salim 318-324

Efektifitas Metode Resitasi Simulasi Terhadap Peningkatan Hasil Perkuliahan Mata Kuliah Proses Industri Kimia 1 oleh A.S. Dwi Saptati N.H, Chandrawati Cahyani, dan Vivi Nurhadianty 325-329

Pembuatan Modul Pembelajaran Kimia dalam Kehidupan Sehari-Hari Untuk SMP oleh Bayharti, Ellizar, Andromeda, dan Hanefiatni 330-337

Peningkatan Kualitas Pembelajaran Kimia Fisika II Melalui Metode Pembelajaran Aktif oleh Diah Agustina Puspitasari, Bambang Poerwadi, dan Rama Oktavian 338-341

Continuing Professional Development (Pengembangan Profesional Berkelanjutan) oleh Ellizar 342-346

Media Pembelajaran Berorientas *Chemistry Triangle* untuk Materi Kimia oleh Hardeli, Andhika B, Yunita A, Popit WS, dan Diana F 347-353

Pengembangan Bahan Ajar Kimia SMA untuk Materi Hidrolisis Garam Berbasis *Guided Inquiry* dengan Representasi *Chemistry Triangle* oleh Iryani, Mawardi, Andromeda, dan Shavira Meidina 354-360

Uji Kelayakan Media Permainan Ular Tangga Berbasis Kimia pada Materi Unsur Kimia Kelas VII SMP oleh Iswendi, Bayharti, Bethari, dan Febrina Azra 361-367

Konsepsi Siswa Terhadap Materi Hidrolisis Garam Pada Tiga Level Representasi Kimia oleh Latisma Dj., Delpima Suhita, dan Budhi Oktavia 368-373

Prosiding Seminar Nasional Kimia dan Pendidikan Kimia
HKI Cabang Sumbar, Padang, 7 Desember 2013
ISBN. 978-602-17878-2-3

PENGARUH pH dan VARIASI FASA GERAK TERHADAP PENENTUAN KADAR ASAM ASKORBAT DAN ASAM BENZOAT MENGGUNAKAN HPLC

Desy Kurniawati*,#, Budhi Oktavia*, Zul Afkar*, dan Edi Nasra*

*Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Negeri Padang
#Email: desy.chem@gmail.com

Abstrak. Berbagai minuman ringan (*soft drink*) yang beredar di pasaran berupaya menarik konsumen dengan rasa yang enak, warna yang menarik. Untuk mencapai tujuan tersebut produsen menambahkan zat tambahan makanan dalam minuman dan juga untuk meningkatkan keawetannya. Zat yang sering ditambahkan adalah asam askorbat dan asam benzoat.Penelitian ini bertujuan untuk menentukan kondisi terbaik penentuan kadar asam askorbat dan asam benzoat secara HPLC yang diaplikasikan pada minuman ringan yang dijual bebas di pasaran. Hasil penelitian menunjukkan bahwa kondisi optimum HPLC yang menggunakan fasa gerak metanol dan buffer asetat pada laju alir 1 ml/mnt, Kolom ODS C_{18}, λ= 240 nm, pH 3.5, dilakukan secara elusi gradien yang dimulai pada komposisi fasa gerak 5:95 hingga 50:50 selama 5 menit dengan waktu retensi untuk asam askorbat adalah 3.73 menit dan 11.07 menit untuk asam benzoat. Dari hasil uji kadar sampel minuman ringan yang dijual di lingkungan sekolah tidak ditemukan asam askorbat dan asam benzoat sebagai bahan pengawet, sedangkan untuk minuman ringan yang beredar di pasaran dari 5 sampel yang diuji ditemukan sampel yang mengandung asam benzoat yang melebihi batas maksimum yang diizinkan yang terdapat pada sampel C yaitu 676 ppm, sedangkan kadar yang diizinkan menurut SNI 01-0222-1995 untuk asam benzoat adalah 600 ppm. Kandungan asam askorbat terbanyak terdapat pada sampel A yaitu 2869 ppm.

Kata kunci: Asam askorbat, asam benzoat, HPLC

I. Pendahuluan

Semakin berkembangnya ilmu pengetahuan saat ini, tingkat pengetahuan tentang teknik pemisahan pun semakin meningkat. Salah satu teknik pemisahan yang sering digunakan adalah kromatografi. Kromatografi adalah suatu teknik pemisahan molekul berdasarkan perbedaan pola pergerakan antara fasa gerak dan fasa diam untuk memisahkan komponen yang berada pada larutan.

Saat ini teknik kromatografi yang paling banyak digunakan untuk fasa cair adalah kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) atau biasa dikenal dengan *Hight Performance Liquid Chromatograhpy (HPLC)*. Karena analisa dengan HPLC cepat, daya pisah baik, persiapan sampel mudah dan dapat dihubungkan dengan detektor yang sesuai.

HPLC dapat digunakan untuk mengisolasi zat tidak mudah menguap dan zat yang secara termal tidak stabil (Khopkar, 2003:168). HPLC juga dapat digunakan untuk penentuan zat-zat organik yang ada didalam makanan seperti asam benzoat dan asam askorbat.

Asam benzoat merupakan suatu bahan pengawet yang sering digunakan didalam minuman ringan. Bahan pengawet merupakan bahan kimia yang berfungsi untuk memperlambat kerusakan makanan baik yang disebabkan mikroba pembusuk, bakteri, ragi, maupun jamur dengan cara menghambat, mencegah, menghentikan proses pembusukan dan fermentasi dari bahan makanan.

Pemakaian asam benzoat dari satu sisi menguntungkan karena dengan penambahan asam benzoat makanan dan minuman dapat dibebaskan dari mikroba pembusuk, namun dari sisi lain, penggunaan asam benzoat sebagai pengawet dapat menimbulkan efek buruk terhadap kesehatan bagi pemakainya apabila kadar pemakaian bahan pengawet tidak diatur dan diawasi.

Asam askorbat merupakan suatu antioksidan yang juga termasuk bahan pengawet. Zat ini ditambahkan untuk mencegah timbulnya bau tengik pada makanan yang mengandung minyak dan lemak. Asam askorbat merupakan salah satu vitamin yang larut didalam air. Asam

ISBN. 978-602-17878-2-3

askorbat berfungsi untuk mensintesis kolagen intraseluler mengoksidasi fenilalanin menjadi tirosin, mereduksi ion ferri menjadi ferro dalam saluran pencernaan, meningkatkan penyerapan besi dalam usus halus. Asam askorbat banyak dijumpai didalam buah-buahan dan sayur-sayuran terutama dalam keadaan segar. Sumber vitamin C yang terdapat dalam tanaman adalah bayam, jeruk, nanas, brokoli, dan lain-lain. Vitamin C yang bersumber dari hewan adalah susu, telor, daging, ikan, dan unggas (Iryani, 2003:80).

Pada penelitian ini dengan metoda HPLC digunakan pelarut metanol dan buffer asetat. Sekaligus untuk melihat kemampuan dan ketepatan HPLC dengan menggunakan pelarut metanol dan buffer asetat dalam penentuan asam askorbat dan asam benzoate dengan variasi pH dan Fasa gerak.

2. Metode Penelitian

Alat dan Bahan

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode eksperimen yang telah dilakukan di Laboratorium Penelitian Jurusan Kimia FMIPA UNP selama 6 (enam) bulan.
Alat-alat yang digunakan adalah HPLC, peralatan gelas, oven, kertas pH, kertas saring, neraca analitik, botol reagen, labu ukur, erlenmeyer, botol semprot, batang pengaduk, pipet tetes. Bahan yang digunakan adalah kadar asam askorbat dan asam benzoat standar, metanol, asam asetat, aquadest.Minuman ringan yang dijual bebas di pasaran

Prosedur Penelitian
Langkah-langkah utama penelitian adalah sebagai berikut:

- Sampling minuman
  Proses sampling minuman ringan dilakukan berdasarkan merek yang beredar di pasaran (supermarket di daerah kota Padang). 10 merek minuman ringan akan dipilih untuk digunakan sebagai sampel dalam penelitian ini, diantaranya, coca cola, teh botol dan kopi instan. Pemilihan sampel berdasarkan atas informasi kandungan bahan-bahan yang ditambahkan ke dalam sampel tersebut.
- Pembuatan larutan baku 10 ppm
  Dibuat larutan standar dari masing-masing bahan baku pembanding dengan kadar 10 ppm untuk asam askorbat dan asam benzoat menggunakan pelarut aquadest yang sudah disaring..
- Penetapan panjang gelombang pengukuran
  Masing-masing larutan bahan baku pembanding tersebut diukur serapannya pada panjang gelombang 200-400 nm menggunakan spektrofotometer, lalu dibuat kurva serapannya. Kemudian ditentukan panjang gelombang untuk analisis.
- Penentuan kondisi optimum untuk penentuan asam benzoat dan asam askorbat secara HPLC
  Larutan campuran bahan baku pembanding asam benzoat dan asam askorbat di dalam pelarut aquades, disuntikan sebanyak 20 µl ke dalam kolom menggunakan fase gerak campuran metanol dan air dengan bufer asetat antara pH 3 sampai 6. Dipilih komposisi dan pH yang memberikan pemisahan terbaik berdasarkan waktu retensi (t_R), resolusi (R), HETP dan jumlah pelat teoritis (N).
- Penentuan kadar asam benzoat dan asam askorbat secara HPLC
  Kondisi terpilih kemudian digunakan pada analisis sampel sebagai aplikasi.

3. Hasil Dan Pembahasan

Penentuan Panjang Gelombang Optimum

Penentuan panjang gelombang optimum dari senyawa asam askorbat dan asam benzoat bertujuan untuk melihat pada panjang gelombang berapakah kedua senyawa tersebut dapat memberikan penyerapan yang baik sehingga pemisahan dengan HPLC dapat dilakukan. Penyerapan yang paling baik ditandai dengan terbentuknya puncak paling tinggi pada spektrogram. Penentuan panjang gelombang optimum ini ditentukan dengan mengukur serapan larutan asam askorbat dan asam benzoat dengan konsentrasi masing-masing 50 ppm pada panjang gelombang 200-400 nm menggunakan spektrofotometer UV. Dari hasil pengukuran diperoleh panjang gelombang maksimum asam askorbat adalah 245 nm, dan

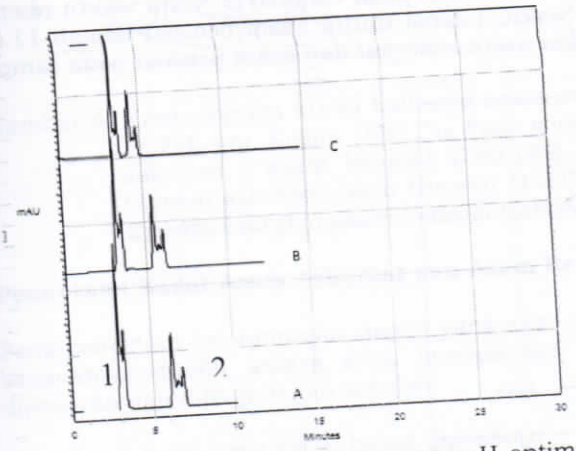
ISBN. 978-602-17878-2-3

panjang gelombang maksimum untuk asam benzoat adalah 230 nm. Untuk itu pada penelitian ini digunakan panjang gelombang 240 nm, sehingga kedua senyawa masih dapat terdeteksi dan memberikan penyerapan yang baik.

Penentuan PH Optimum Buffer Asetat Sebagai Komponen Fasa Gerak

Penentuan pH optimum dilakukan untuk mendapatkan hasil analisa yang optimum untuk pemisahan asam askorbat dan asam benzoat. Penentuan pH optimum dilakukan pada komposisi fasa gerak 50:50 dengan waktu retensi 30 menit, laju alir 1 ml/min, menggunakan kolom C_{18}, λ=240 nm . Untuk memperoleh pH optimum, maka pH divariasikan pada pH 3.5, 4.5, dan 5.5. pemilihan variasi pH dilakukan secara selektif agar tidak merusak kolom. Jika pH yang divariasikan terlalu rendah maka ikatan silika yang berfungsi sebagai fasa diam dapat putus (terhidrolisis), dan jika pH terlalu basa maka silika akan larut, karena silika larut dalam suasana basa, sehingga tidak akan diperoleh hasil pemisahan yang baik (Panggabean dkk, 2011). PH 3.5 yang diperoleh ternyata sesuai dengan sifat dari asam askorbat dan asam benzoat yang memperlihatkan kegiatan optimum pada selang pH 2.5-4.0 (Sakidja, 1989). Hasil pengukuran untuk penentuan pH optimum dapat dilihat pada Gambar 1.

Dari kromatogram di bawah dapat dilihat bahwa pada pH 3.5 telah terjadi pemisahan yang baik untuk pemisahan asam askorbat dan asam benzoat, karena perbedaan waktu retensi antara kedua senyawa cukup lama, yaitu waktu retensi untuk asam askorbat pada 2.93 mnt dan asam benzoat muncul pada 6.2 mnt. Untuk itu digunakan pH 3.5 sebagai pH optimum pada penelitian ini.



Gambar 1. Kromatogram penentuan pH optimum Laju alir 1 ml/mnt, λ=240 nm, Kolom ODS C_{18}, Fasa gerak metanol:buffer asetat (50:50)A; metanol:buffer asetat pH 3.5, B; metanol:buffer asetat pH 4.5, C; metanol :buffer asetat pH 5.5, 1) Asam askorbat, 2) Asam Benzoat.

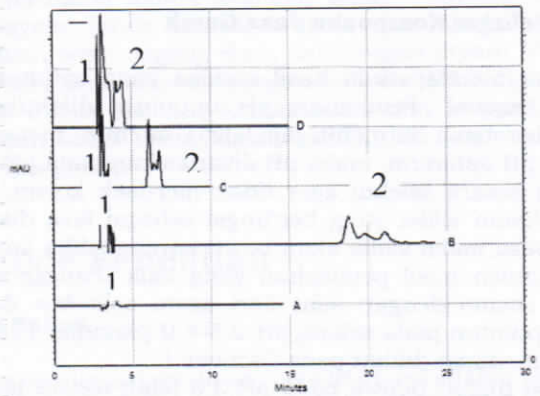
Penentuan Komposisi Fasa Gerak Optimum

Fasa gerak yang digunakan pada penelitian ini adalah campuran dari metanol dan buffer asetat. Penelitian ini menggunakan fasa terbalik, yaitu fasa gerak yang digunakan lebih polar bila dibandingkan dengan fasa diam yang bersifat non polar, karena pada penelitian ini senyawa yang akan dianalisa bersifat polar. Dari gambar 3 diatas dapat dilihat komposisi fasa gerak 50:50 pada pH 3.5 telah terjadi pemisahan yang baik. Pada kondisi tersebut asam askorbat memberikan waktu retensi 2.93 hal ini bersamaan dengan munculnya *system peak*, yaitu puncak yang muncul meskipun tidak ada sampel yang diinjeksikan. Untuk menghindari *system peak* yang dapat mengganggu puncak dari sampel, maka dilakukanlah variasi komposisi fasa gerak agar diperoleh pemisahan yang baik. Variasi komposisi fasa gerak dilakukan pada komposisi 10:90, 30:70, 50:50, dan 70:30. Dari hasil pengukuran pada berbagai komposisi fasa gerak dapat dilihat pada Gambar 2.

Dari kromatogram di bawah dapat kita lihat bahwa asam askorbat pada komposisi fasa gerak 30:70, 50:50 dan 70:30 memberikan waktu retensi yang sama yaitu 2.9, sedangkan pada komposisi fasa gerak 10:90 asam askorbat muncul pada waktu retensi 3.45. Pada komposisi 10:90 asam benzoat muncul pada waktu retensi yang sangat lama, untuk memperpendek waktu retensi asam benzoate agar didapatkan puncak dalam waktu sekitar 10 menit, maka dilakukan elusi gradien, yaitu perubahan komposisi fasa gerak selama elusi. Elusi gradien

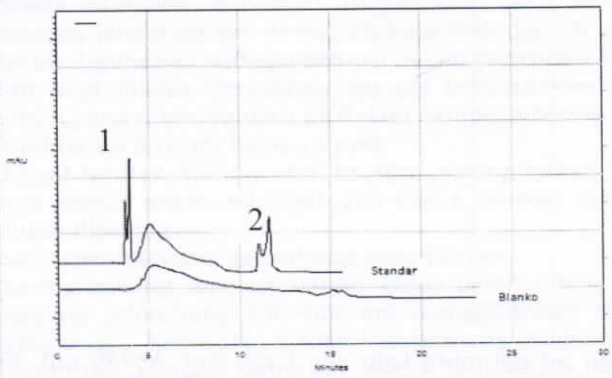
ISBN. 978-602-17878-2-3

dimulai pada komposisi 5:95 hingga 50:50 selama 5 menit dan setelah terjadi elusi maka komposisi fasa gerak akan konstan pada 50:50, komposisi inilah yang digunakan sebagai komposisi optimum dari fasa gerak agar diperoleh pemisahan yang baik.



Gambar 2. Kromatogram penentuan variasi komposisi fasa gerak Laju alir 1ml/mnt, λ=240 nm, Kolom ODS C_{18}, Fasa gerak metanol:buffer asetat (3.5)A; metanol:buffer asetat (10:90), B; metanol:buffer asetat (30:70), C; metanol:buffer asetat (50:50), D; metanol :buffer asetat (70:30), 1) Asam askorbat, 2) Asam Benzoat

Hasil pemisahan dengan kondisi ini dapat dilihat pada Gambar 3, yaitu waktu retensi untuk asam askorbat adalah 3.73 mnt dan waktu retensi untuk asam benzoat adalah 11.07 mnt. Kondisi ini dipakai untuk penentuan kadar asam askorbat dan asam benzoat pada sampel minuman ringan.



Gambar 3. Kromatogram Blanko dan Larutan Standar Laju alir 1ml/mnt, λ=240 nm, Kolom ODS C_{18}, Fasa gerak methanol:buffer asetat (5:95), pH 3.5, 1) Asam askorbat, 2) Asam benzoat.

Pembuatan Kurva Kalibrasi Asam Askorbat dan Asam Benzoat

Kurva Kalibrasi Asam Askorbat

Pembuatan kurva kalibrasi asam askorbat bertujuan untuk mengetahui kadar asam askorbat di dalam sampel yang akan dianalisa. Pembuatan kurva kalibrasi untuk asam askorbat dilakukan dengan pengukuran sederetan larutan standar dengan konsentrasi 50, 100, 150, 200 dan 250 ppm. Pengukuran dilakukan pada kondisi optimum yang telah diperoleh sebelumnya yaitu pada komposisi fasa gerak 5:95 (elusi gradien) dan pH 3.5.

Berdasarkan hasil pengukuran, didapatkan persamaan regresi dari asam askorbat adalah y=0.327x-5.276 dengan nilai koefisien determinasi (R^2) =0.995. Nilai koefisien determinasi yang diperoleh menunjukkan hasil yang baik karena mendekati nilai 1. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa terdapat hubungan yang linear antara konsentrasi asam askorbat dan luas puncak yang terukur dimana semua titik hasil pengukuran terdapat pada satu garis lurus.

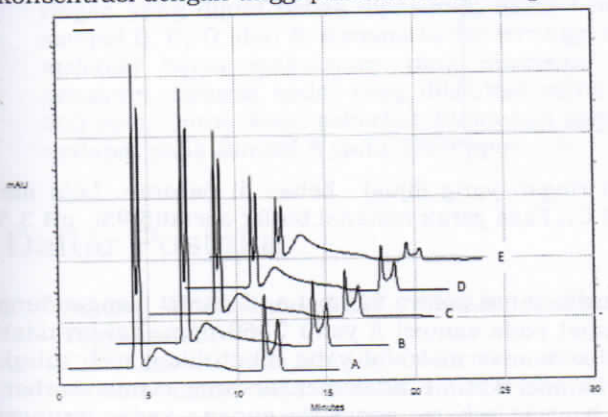
Kurva Kalibrasi Asam Benzoat

Pembuatan kurva kalibrasi asam benzoat bertujuan untuk mengetahui kadar asam benzoat di dalam sampel yang akan dianalisa. Pembuatan kurva kalibrasi untuk asam benzoat dilakukan dengan pengukuran sederetan larutan standar pada konsentrasi 25, 50, 75, 100 dan 125 ppm.

ISBN. 978-602-17878-2-3

Pengukuran dilakukan pada kondisi optimum yang telah diperoleh sebelumnya yaitu pada komposisi fasa gerak 5:95 (elusi gradien) dan pH 3.5.

Berdasarkan hasil pengukuran, didapatkan persamaan regresi dari asam benzoat adalah y=0.260x-2.338 dengan nilai koefisien determinasi (R^2) =0.997. Nilai koefisien determinasi yang diperoleh menunjukkan hasil yang baik karena mendekati nilai 1. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa terdapat hubungan yang linear antara konsentrasi asam benzoat dan luas puncak yang terukur dimana semua titik hasil pengukuran terdapat pada satu garis lurus. Kromatogram hasil pengukuran kurva kalibrasi kedua senyawa dapat dilihat pada Gambar 4, dimana dari kromatogram dapat dilihat semakin tinggi konsentrasi senyawa yang diukur maka puncak akan semakin tinggi, dan semakin rendah konsentrasi senyawa yang diukur maka puncak juga akan rendah. Dapat dikatakan bahwa hubungan antara konsentrasi dengan tinggi puncak berbanding lurus.



Gambar 4. Kromatogram kurva kalibrasi asam askorbat dan asam benzoat Laju alir 1ml/mnt, λ= 240 nm, Kolom ODS C_{18}, Fasa gerak metanol:buffer asetat (5:95) pH 3.5 A;asam askorbat : asam benzoat (250:125), B:asam askorbat: asam benzoat (200:100), C;asam askorbat:asam benzoat (150:75), D;asam askorbat: asam benzoat (100:50), E;asam askorbat:asam benzoat (50:25)

Penentuan Kadar Asam Askorbat dan Asam Benzoat dalam Sampel Minuman Ringan

Pada penelitian ini minuman ringan yang akan dianalisa kandungan asam askorbat dan asam benzoatnya dipilih secara acak berdasarkan merek minuman ringan yang dijual bebas dipasaran dan dilingkungan sekolah.

Minuman ringan yang dijual bebas dipasaran

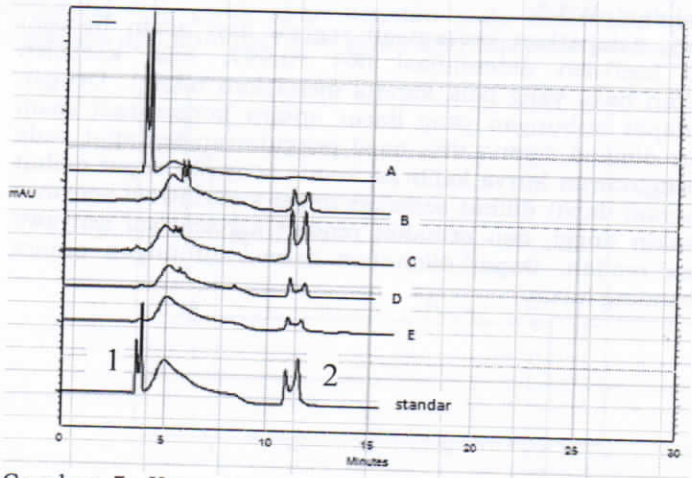
Untuk minuman ringan yang dijual bebas dipasaran, dipilih 5 merek minuman ringan yang akan dianalisa. Lima macam minuman ringan ini disimbolkan dengan huruf A, B, C, D dan E untuk kerahasiaan data dari merek minuman tersebut. Penentuan kadar asam askorbat dan asam benzoat dalam minuman ringan secara HPLC dilakukan pada kondisi optimum yang telah didapatkan sebelumnya. Dari hasil pengukuran diperoleh data seperti yang terlihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Data hasil pengukuran kadar sampel yang dijual di pasaran

Sampel	Asam Askorbat		Asam Benzoat	
	Luas Puncak (mAUxmnt)	Konsentrasi (ppm)	Luas puncak (mAUxmnt)	Konsentrasi (ppm)
A	88.55	2869	-	-
B	-	-	6.88	354
C	1.09	194	15.25	676
D	0.73	183	4.16	249
E	-	-	1.8	159

ISBN. 978-602-17878-2-3

Kromatogram dari data di atas dapat dilihat pada Gambar 5.

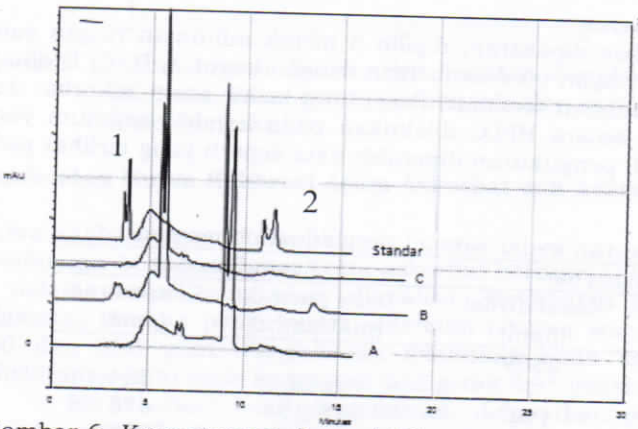


Gambar 5. Kromatogram sampel minuman ringan yang dijual bebas di pasaran. Laju alir 1ml/mnt, λ=240 nm, Kolom ODS C_{18},Fasa gerak metanol:buffer asetat(5:95), pH 3.5 Asam askorbat, 2) Asam benzoat

Dari data yang telah diperoleh dapat diketahui bahwa Sampel A, C dan D mengandung asam askorbat dimana kadar tertinggi terdapat pada sampel A yaitu 2869 ppm, hal ini tidak berbahaya karena asam askorbat apabila dikonsumsi melebihi yang dibutuhkan oleh tubuh akan dikeluarkan bersama urin, sedangkan Sampel B dan E tidak mengandung asam askorbat. Sampel B, C, D dan E mengandung asam benzoat sebagai pengawet dimana kadar tertinggi terdapat pada sampel C yaitu 676 ppm, kandungan ini telah melewati ambang batas maksimum yang diizinkan untuk pemakaian asam benzoat sebagai bahan pengawet. Berdasarkan SNI 01-0222-1995 pemakaian asam benzoat yang diizinkan adalah 600 mg/L. Dan kandungan asam benzoat yang terendah pada sampel E yaitu 159 ppm.

Minuman Ringan Yang Dijual di Lingkungan Sekolah

Untuk minuman ringan yang dijual bebas di lingkungan sekolah dipilih tiga sampel minuman ringan secara acak. Tiga sampel minuman ringan ini diberi simbol A, B dan C. Penentuan kadar asam askorbat dan asam benzoat dalam minuman ringan secara HPLC dilakukan pada kondisi optimum yang telah diperoleh sebelumnya. Dari hasil pengukuran diperoleh kromatogram seperti Gambar 6.



Gambar 6. Kromatogram Sampel Minuman Ringan yang dijual di sekolah Laju alir 1 ml/min, λ=240 nm, Kolom C_{18}, Fasa gerak metanol:buffer asetat (5:95), pH 3.5 ; 1)Asam askorbat, 2) Asam benzoat

Dari kromatogram di atas dapat dilihat pada semua sampel tidak terdapat asam askorbat dan asam benzoat sebagai pengawet. Ini ditandai dengan tidak munculnya puncak pada sampel dengan waktu retensi yang sama dengan asam askorbat maupun asam benzoat.

ISBN. 978-602-17878-2-3

4. Kesimpulan Dan Saran

Dari penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan:

- Kondisi optimum pada penentuan kadar asam askorbat dan asam benzoat pada minuman ringan secara HPLC yaitu menggunakan kolom ODS C_{18}, laju alir 1 ml/mnt pada panjang gelombang 240 nm, secara elusi gradien pada komposisi fasa gerak metanol:buffer asetat 5:95 dan akan konstan pada komposisi 50:50 pada waktu 5 menit dengan pH buffer asetat 3.5, dengan waktu retensi asam askorbat adalah 3.73 menit dan 11.07 menit untuk asam benzoat.
- Pada sampel minuman ringan yang dijual bebas dilingkungan sekolah tidak ditemukan asam askorbat dan asam benzoat sebagai pengawet, sedangkan pada sampel minuman ringan yang dijual bebas dipasaran, asam benzoat ditemukan dalam empat sampel yaitu sampel B, C, D, dan E, dimana kadar tertinggi diperoleh pada sampel C yaitu 676 ppm yang melebihi batas maksimum yang diizinkan dalam pemakaian asam benzoat sebagai pengawet, dimana kadar yang diizinkan menurut SNI 01-0222-1995 untuk asam benzoat 600 ppm. Untuk asam askorbat ditemukan pada sampel A, C dan D. Dimana kadar tertinggi terdapat pada sampel A yaitu 2869 ppm.

Daftar Pustaka

1. Adnan Moehammad.1997. Teknik Kromatografi Untuk Analisis bahan makanan. Yogyakarta: Andi.
2. C.M. Lino, A. Pena, (2010), Occurrence ofcaffeine, saccharin, benzoic acid and sorbic acid in soft drinks and nectars in Portugal and subsequent exposure assessment, Food Chemistry, Volume 121, Issue 2, 503-508.
3. Hayun, Yahdiana H., Citra N.A., (2004), Penetapan kadar sakarin, asam benzoate, asam sorbet, kofeina dan aspartame di dalam beberapa minuman ringan bersoda secara kromatografi cair kinerja tinggi., Majalah Ilmu Kefarmasian, Vol 1, No 3, 148-159.
4. Iryani. 2003. Kimia Pangan. Padang: FMIPA UNP
5. J.W. Weyland, H. Rolink, D.A. Doornbos, (1982), Reversed-phase high-performance liquid chromatographic separation of saccharin, caffeine and benzoic acid using non-linear programming, Journal of Chromatography A, Volume 247, Issue 2, 1 October 1982, 221-229.
6. Roy J. Gritter dkk, 1991. Pengantar Kromatografi. Bandung: ITB.
7. Sakidja M.S, 1989. Kimia Pangan.Jakarta : Departemen Pendidikan dan Kebudayaan.
8. Sunita Almatsier. 2004. Prinsip dasar ilmu gizi: Jakarta: PT. Gramedia Pustaka Utama.
9. Qing-Chuan Chen, Jing Wang, (2001), Simultaneous determination of artificial sweeteners, preservatives,caffeine, theobromine and theophylline in food and pharmaceutical preparations by ionchromatography,Journal ofChromatography A, Volume 937, Issues 1-2, 57-64.
10. Weiss, Joachim, Ion Chromatography, 2 ed. 1995