

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Dengan kata lain tujuan dari validasi metode analisis adalah untuk mengkonfirmasi atau memastikan metode analisis yang dipakai sesuai untuk peruntukannya. Menurut Harmita (2004), beberapa parameter analisis yang harus dipertimbangkan dalam validasi metode analisis diuraikan dan didefinisikan sebagaimana cara penentuannya. Adapun parameter-parameter tersebut antara lain adalah akurasi (kecermatan), presisi (keseksamaan), selektifitas, linieritas dan rentang, batas deteksi dan batas kuantitas, ketangguhan metode, kekuatan metode. Apabila parameter-parameter ini dapat dipertanggungjawabkan maka suatu metode analisis dapat dikatakan valid dan dapat digunakan untuk analisis rutin.

Semakin pesatnya pertumbuhan industri makanan dan minuman di Indonesia khususnya makanan dan minuman siap saji, mengakibatkan peningkatan produksi minuman ringan yang beredar di masyarakat. Pada minuman ringan ini sering ditambahkan beberapa zat tambahan seperti pengawet dan pemanis buatan (*Artificial Sweetener*) yang kadarnya dalam minuman tersebut perlu diperhatikan, karena konsumsi yang berlebih akan menyebabkan gangguan pada kesehatan. Hal ini disebabkan karena pada umumnya zat tambahan seperti pengawet dan pemanis buatan adalah senyawa kimia yang merupakan bahan asing yang masuk kedalam tubuh bersama dengan bahan pangan yang dikonsumsi yang apabila dosis dan pemakaiannya tidak diatur dan diawasi maka dapat menimbulkan kerugian bagi pemakainya. Kerugian ini dapat bersifat langsung seperti keracunan ataupun yang tidak bersifat langsung atau kumulatif misalnya apabila bahan pengawet bersifat karsinogenik.

Dalam kehidupan sehari-hari dengan mudah dapat dijumpai berbagai produk produksi pabrik yang menggunakan bahan tambahan pangan (*food additives*) termasuk di dalamnya pemanis buatan yang sengaja ditambahkan untuk meningkatkan cita rasa, aroma dan penampilan fisik makanan atau minuman. Pemanis buatan begitu diminati karena selain memiliki tingkat kemanisan yang tinggi dibandingkan dengan gula, harga dipasaran pun cukup murah. Beberapa pemanis buatan yang sering digunakan antara lain adalah sakarin, siklamat, aspartam, silitol, sorbitol, alitam, asesulfam-k, isomalt, sukralosa, neotam, laktitol, maltitol dan manitol.

Sakarin sebagai pemanis buatan biasanya dalam bentuk garam berupa kalsium, kalium, dan natrium sakarin dengan rumus kimia ($C_{14}H_{18}CaN_2O_6S_2 \cdot 3H_2O$), ($C_7H_4KNO_3S \cdot 2H_2O$), dan ($C_7H_4NaNO_3S \cdot 2H_2O$). Secara umum, garam sakarin berbentuk kristal putih, tidak berbau atau berbau aromatik lemah, dan mudah larut dalam air, serta berasa manis. Sakarin memiliki tingkat kemanisan relatif sebesar 300 sampai dengan 500 kali tingkat kemanisan sukrosa tanpa nilai kalori (SNI 01-6993-2004). Penggunaan sakarin tergantung intensitas kemanisan yang dikehendaki. Pada konsentrasi tinggi, sakarin akan menimbulkan rasa pahit-getir (nimbrah), hal ini disebabkan oleh kemurnian yang rendah dari proses sintesis (Winarno, 1991). Natrium sakarin didalam tubuh tidak mengalami metabolisme sehingga diekskresikan melalui urine tanpa perubahan kimia (Cahyadi, 2006). Meskipun pemakaian sakarin diperbolehkan sebagai bahan tambahan makanan namun pemakaiannya harus dibatasi karena mempunyai efek yang membahayakan kesehatan.

Untuk menghindari dampak tersebut diatas maka telah ditetapkan batasan maksimum sakarin kategori minuman ringan berkarbonasi dan non-karbonasi sebesar 500 mg/kg (SNI 01-6993-2004). Namun, terkait masalah penambahan pemanis buatan dalam minuman masih terdapat kadar sakarin atau garamnya yang melebihi ambang batas dalam minuman yang beredar di pasaran seperti pada penelitian Ranitha Sinulingga (2004) yang mendapatkan kadar natrium sakarin dalam es doger yang termasuk kategori minuman jajanan yang dipasarkan di SD Negeri No. 064025 Jln. Flamboyan Kelurahan Simpang Selayang Kecamatan

Medan Tuntungan sebanyak 310,5 mg/kg dari batas maksimal 300 mg/kg yang ditetapkan SNI 01-6993-2004 begitu juga dengan penelitian yang dilakukan Subani (2008) yang mendapatkan kadar natrium sakarin sebesar 564 mg/kg dalam sirup markisa pohon pisang dari batas maksimal 300 mg/kg yang ditetapkan SNI 01-6993-2004. Oleh karena itu perlu dilakukan analisis untuk mengetahui kadar sakarin yang terdapat dalam minuman ringan yang beredar dipasaran. Terkait validasi metode analisis Kromatografi Cair Kinerja Tinggi beberapa penelitian telah dilakukan seperti yang telah dilakukan oleh Yonny Fadallah (2005), Iyan Sopyan, dkk (2009), dan Ade Heri Mulyati, dkk (2011).

Metode analisis yang dapat dilakukan untuk analisis sakarin dalam minuman antara lain adalah spektrofotometri (MA PPOM No.47/MA/93), volumetri, dan kromatografi cair kinerja tinggi. Namun beberapa metode tersebut memiliki beberapa kelemahan seperti pada spektrofotometri memiliki kelemahan yaitu membutuhkan banyak perlakuan pada sampel yang dikhawatirkan akan memperbesar kesalahan pengukuran, terlalu banyak jumlah bahan yang digunakan, dan waktu yang dibutuhkan relatif lama. Kemudian pada metode volumetri meski merupakan metode yang memiliki kelebihan seperti murah, tahan dan mampu memberikan ketepatan (presisi) yang tinggi namun keterbatasan metode ini adalah bahwa metode ini kurang spesifik (Sinulingga, 2004). Metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi juga memiliki beberapa kelemahan namun dibanding dengan metode yang lainnya metode ini lebih banyak memiliki kelebihan untuk proses analisis. Metode analisis dapat digunakan jika telah dilakukan validasi. Hal ini disebabkan karena terdapat beberapa faktor yang menyebabkan suatu metode tidak dapat diterapkan secara keseluruhan seperti keterbatasan alat, bahan kimia dan lainnya yang menyebabkan dilakukannya penyederhanaan maupun perbaikan metode sehingga mengharuskan dilakukannya validasi metode, metode rutin digunakan pada laboratorium berbeda atau analisis yang berbeda. Parameter dari validasi tersebut antara lain adalah akurasi (kecermatan), presisi (keseksamaan), selektifitas, linieritas dan rentang, limit deteksi, ketangguhan, dan kekuatan.

Terkait keberadaan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi di laboratorium yang dapat dikatakan baru dan berdasarkan pernyataan-pernyataan diatas maka peneliti ingin mempelajari validasi metode penentuan kadar sakarin dalam minuman ringan dengan menggunakan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi.

1.2. Identifikasi Masalah

Beberapa metode yang dapat digunakan untuk penentuan kadar sakarin antara lain adalah spektrofotometri, volumetri, dan kromatografi cair kinerja tinggi. Masing-masing metode memiliki kelemahan dan kelebihan. Namun dari metode yang ada kromatografi cair kinerja tinggi memiliki beberapa keistimewaan dibanding yang lainnya. Suatu metode analisis baru dapat digunakan apabila telah dilakukan validasi. Dalam memvalidasi suatu metode analisis ada beberapa parameter yang harus dilakukan seperti linieritas, rentang presisi (keseksamaan), akurasi (kecermatan), limit deteksi, batas kuantitas, selektifitas, ketangguhan, dan kekuatan.

1.3. Batasan Masalah

Penelitian ini dibatasi pada validasi metode penentuan kadar sakarin pada minuman ringan menggunakan KCKT dengan detektor UV dengan parameter linieritas, presisi (keseksamaan), akurasi (kecermatan), limit deteksi, batas kuantitas, selektifitas dengan variasi komposisi fase gerak (Dapar posfat : Metanol) yaitu 6:4 (sebagai kontrol), 7:3, 8:2 untuk memperoleh komposisi paling optimal yang selanjutnya digunakan dalam setiap tahapan analisis.

1.4. Rumusan Masalah

1. Apakah metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dapat digunakan sebagai metode alternatif dalam penentuan sakarin?
2. Bagaimana data validasi dengan parameter linieritas, presisi (keseksamaan), akurasi (kecermatan), limit deteksi, batas kuantitas, selektifitas pada penentuan kadar sakarin dalam minuman ringan menggunakan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dengan detektor UV ?

1.5. Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui metode pengembangan atau metode alternatif penetapan kadar sakarin pada minuman ringan.
2. Untuk mengetahui data validasi dengan parameter linieritas, presisi (keseksamaan), akurasi (kecermatan), limit deteksi, batas kuantitas, selektifitas pada penetapan kadar sakarin pada minuman ringan dengan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dengan detektor UV.

1.6. Manfaat Penelitian

1. Memberikan informasi secara ilmiah tentang validasi metode penetapan kadar sakarin pada minuman ringan dengan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dengan detektor UV.
2. Memperoleh data otentik dan objektif dari parameter linieritas, presisi (keseksamaan), akurasi (kecermatan), limit deteksi, batas kuantitas, selektifitas.