

VALIDASI METODE ANALISIS SIKLAMAT SECARA SPEKTROFOTOMETRI DAN TURBIDIMETRI

VALIDATION OF CYCLAMATE ANALYSIS METHOD WITH SPECTROPHOTOMETRY AND TURBIDIMETRY

Regina Tutik Padmaningrum* dan Siti Marwati

Jurusan Pendidikan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta, Karangmalang, Yogyakarta, 55281

*email:regina_tutikp@uny.ac.id

diterima 30 November 2014, disetujui 3 Maret 2015

Abstrak

Penelitian ini bertujuan untuk memvalidasi metode analisis siklamat secara spektrofotometri dan turbidimetri dalam sampel minuman *jelly drink* rasa mangga secara spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit, spektrofotometri ultra violet (tanpa pereaksi) dan turbidimetri. Kurva kalibrasi larutan standar natrium siklamat pada metode spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit, spektrofotometri UV (tanpa pereaksi), dan turbidimetri berbentuk linier. Daerah kerja masing-masing metode secara berturut-turut pada konsentrasi (211,36-747,08); (16,000–146,434); dan (1,852-6,172) ppm. Batas deteksi masing-masing metode secara berturut-turut sebesar 53,6028; 0,5833; dan 0,2723 ppm. Batas kuantitasi masing-masing metode secara berturut-turut sebesar 66,9948; 1,9443; dan 0,8068 ppm. Metode analisis siklamat secara spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit mempunyai presisi dan akurasi yang baik, sementara metode analisis siklamat secara spektrofotometri UV mempunyai presisi baik dan akurasi kurang baik. Sedangkan metode analisis siklamat secara turbidimetri mempunyai presisi dan akurasi kurang baik.

Kata kunci: validasi metode, spektrofotometri, turbidimetri, siklamat

Abstract

This research aims to validate methods of analysis by spectrophotometry and turbidimetry cyclamate in the sample drink mango-flavored jelly drink by spectrophotometry with hypochlorite reagent, ultraviolet spectrophotometry (without reagent) and turbidimetry. The object of research was the validity parameters spectrophotometric method were linearity, linear range, the limit of detection, limit of quantitation, precision, and accuracy. The calibration curve of standard solution of sodium cyclamate in the spectrophotometric method with hypochlorite reagent, UV spectrophotometry (without reagent), and turbidimetry are linear. Linear range each method respectively at a concentration were (211.36-747.08); (16.000-146.434); and (1.8521-6.1717) ppm. The detection limit of each method successively were 53.6028; 0.5833; and 0.2723 ppm. Limit of quantitation each method successively were 66.9948; 1.9443; and 0.8068 ppm. Spectrophotometric analysis method cyclamate with hypochlorite reagent had good precision and accuracy. Ultra violet spectrophotometric analysis method of cyclamate have a good precision but the accuracy was not good. Turbidimetric methods analysis of cyclamate had precision and accuracy were not good.

Keywords: method validation, spectrophotometry, turbidimetry, cyclamate

Pendahuluan

Siklamat *cyclohexylsulfamic acid* ($C_6H_{13}NO_3S$) merupakan salah satu jenis pemanis buatan yang memiliki tingkat kemanisan 30 kali daripada sukrosa [1]. Pemanis buatan ini banyak menimbulkan kontroversi karena aspek keamanan jangka panjangnya. Penggunaannya sebagai zat tambahan makanan dilarang pada tahun 1969 saat ditemukan bahwa campuran sakarin dan siklamat meningkatkan insiden tumor kandung kemih pada tikus [2]. Menurut Peraturan Menteri Kesehatan RI No722/Menkes/Per/1X/88, kadar maksimum asam siklamat yang diperbolehkan dalam

makanan berkalori rendah dan untuk penderita diabetes melitus adalah 3 g/kg bahan makanan/minuman [3]. Menurut Badan POM, di Indonesia pemakaian siklamat dilaporkan sering disalahgunakan dan penggunaannya melebihi batas yang diijinkan [4]. Siklamat dalam bentuk garam kalsium dan natrium siklamat mempunyai kelarutan tinggi dalam air (1 g/4-5 ml), bersifat elektrolit kuat, terionisasi kuat dalam larutan encer, serta mempunyai sedikit kapasitas bufer [5].

Analisis kadar siklamat dalam suatu sampel tertentu memerlukan metode-metode analisis yang valid. Metode analisis penentuan kadar siklamat dapat digunakan untuk analisis rutin apabila telah tervalidasi. Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium, untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya [6]. Laboratorium harus merekam hasil yang diperoleh, prosedur yang digunakan untuk validasi dan pernyataan bahwa metode tersebut tepat untuk penggunaan yang dimaksud. Rentang ukur dan akurasi nilai yang diperoleh dari metode yang divalidasi misalnya ketidakpastian hasil, batas deteksi (*limit of detection*), selektivitas metode, linearitas (*linearity*), keterulangan (*repeatability*) dan ketangguhan (*ruggedness*) terhadap pengaruh eksternal dan atau sensitivitas silang terhadap gangguan dari matriks sampel yang diuji, harus relevan dengan kebutuhan.

Analisis siklamat dalam minuman serbuk dengan pereaksi HCl pekat, BaCl₂, dan NaNO₃ telah dilakukan oleh Frieda Nurlita (1997) secara turbidimetri [7] dan dalam minuman jajanan oleh Nurai A. Hadju (2012) secara spektrofotometri [8]. Budi Wibowotomo [5] meneliti kadar siklamat dengan metode Kromatografi Cair Kinerja Tinggi yang menggunakan detektor UV-Vis pada panjang gelombang 200 nm. Scotter *et al.* (2009) menentukan kadar siklamat dalam makanan secara kromatografi cair kinerja tinggi [9]. Myra Merrya (2005) menganalisis kadar pemanis sintetik sakarin dan siklamat dalam sirup berbagai merk [10]. Penentuan kadar natrium siklamat dalam minuman ringan secara spektrofotometri UV-Vis dilakukan oleh Darlina BR Tarigan (2009) diukur pada panjang gelombang 314 nm [11]. Penelitian tentang penentuan kadar asam siklamat dalam minuman ringan ion tubuh sweat secara spektrofotometri oleh Apriyana BR Purba (2009) juga dilakukan pada panjang gelombang 314 nm [12]. Beberapa penelitian tersebut belum memvalidasi metode analisis siklamat dalam sampel jelly.

Penulis telah melakukan validasi metode spektrofotometri dan turbidimetri untuk analisis siklamat dalam minuman jelly drink rasa mangga kemasan yang beredar di pasar. Parameter yang divalidasi adalah linearitas, daerah kerja, batas deteksi, batas kuantitasi, presisi, dan akurasi. Metode yang digunakan untuk analisis siklamat dalam konsentrasi yang sangat kecil antara lain

adalah metode spektrofotometri dan turbidimetri. Metode ini dipilih karena mempunyai beberapa kelebihan antara lain alatnya cukup sederhana, mudah dioperasikan, cepat dan biaya tidak mahal, sedangkan kelemahan metode ini karena sifatnya multi unsur sehingga faktor interferensi dari unsur-unsur lain sangat berpengaruh. Oleh karena itu, diperlukan perlakuan awal terhadap sampel.

Metode Penelitian

Alat yang digunakan meliputi peralatan gelas, turbidimeter HACH model 2100N, spektrofotometer UV-VIS 2450, dan neraca analitik. Bahan yang digunakan adalah larutan siklamat 10.000 ppm, akuades, HCl pekat, BaCl₂ 10%, NaNO₃ 10%, sampel (minuman kemasan *jelly drink rasa mangga*), serbuk natrium siklamat, larutan asam sulfat 30%, larutan natrium hipoklorit 1% klor bebas, larutan natrium hidroksida 10 N dan pelarut sikloheksana.

Analisa Kualitatif Siklamat. Penentuan kadar siklamat dalam sampel dilakukan menurut prosedur sebagai berikut: penambahan HCl, BaCl₂ dan NaNO₃ ke dalam sampel dilanjutkan dengan pemanasan dalam penangas air selama 20 menit dan didinginkan sampai suhu ruang. Adanya siklamat dalam sampel ditandai dengan terjadinya endapan dalam sampel.

Analisa Kualitatif Siklamat dengan pereaksi hipoklorit. Kurva standar dibuat terlebih dahulu dengan prosedur :

1. Delapan buah labu takar 50 mL masing-masing diisi dengan larutan standar siklamat 1000 ppm dengan variasi volume : 0 (blanko); 5; 10; 15; 20; 25; 30 dan 35 mL sehingga konsentrasi siklamat dalam larutan blanko adalah 0 (blanko); 100; 200; 300; 400; 500; 600 dan 700 ppm, dan diencerkan sampai tanda batas.
2. Larutan tersebut dipindahkan ke dalam corong pemisah, ditambah 2,5 mL asam sulfat pekat, didinginkan. Setelah dingin, campuran ditambahkan 50 mL etil asetat dan dikocok selama 2 menit.
3. Lapisan etil asetat dipisahkan dan dimasukkan ke dalam corong pemisah kedua, dikocok 3 kali, setiap kali dengan 15 mL akuades.
4. Lapisan air dikumpulkan dan dimasukkan ke dalam corong pemisah ketiga, ditambah 1 mL larutan NaOH 10 M, 5 mL sikloheksana dan dikocok selama 1 menit.

5. Lapisan air dikumpulkan dan dimasukkan ke dalam corong pemisah ke-4, ditambahkan 2,5 mL asam sulfat 30%, 5 mL sikloheksana dan 5 mL larutan Na-hipoklorit 1% dan dikocok selama 2 menit.
6. Lapisan sikloheksana akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak berwarna ditambahkan 5 mL larutan Na-hipoklorit 1%.
7. Lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 mL NaOH 0,5 M, dikocok selama 1 menit dan lapisan bawah dibuang.
8. Lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 mL akuades, diambil lapisan sikloheksana dan lapisan air dibuang.
9. Lapisan sikloheksana diukur serapannya pada panjang gelombang 314,40 nm dan larutan blanko sebagai pembanding. n_{D20}
10. Kurva standar dibuat antara konsentrasi terhadap serapan sehingga diperoleh persamaan regresi yang dipergunakan untuk perhitungan pada analisis selanjutnya.

Pengukuran absorbansi larutan sampel. Sampel jelly drink ditimbang, diblender, kemudian disaring dengan penyaring vakum. Filtrat yang diperoleh diukur absorbansinya sesuai prosedur no 2-9 di atas.

Analisa Kualitatif Siklamat secara turbidimetri. Kurva standar dibuat terlebih dahulu sesuai prosedur :

1. Larutan standar siklamat 100 ppm diambil dengan pipet, variasi volume: 0 (blanko); 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0; 3,5; 4,0; dan 4,5 mL. Kemudian dimasukkan dalam labu takar 50 mL dan diencerkan sampai tanda batas, diambil 25 mL larutan tersebut dan pindahkan ke dalam Erlenmeyer 100 mL.
2. Larutan ditambah 10 mL HCl pekat, dikocok, ditambah masing-masing 10 mL BaCl₂ 10 % dan 10 mL NaNO₃ 10 %.
3. Campuran dipanaskan di atas penangas selama 20 menit dan didinginkan.
4. Campuran digojog dan diukur turbiditasnya dengan turbidimeter dengan larutan blanko sebagai pembanding.
5. Dibuat kurva standar antara konsentrasi terhadap turbiditas sehingga diperoleh persamaan regresi yang dipergunakan untuk perhitungan pada analisis selanjutnya.

Teknik analisis data

Uji linearitas. Uji linearitas ditentukan melalui persamaan regresi linear $Y = aX \pm b$ dan

nilai r^2 dari 10 kali pengulangan pengukuran absorbansi kurva standar. Korelasi dinyatakan sangat kuat jika nilai r yang diperoleh di atas 0,9 tetapi kurang dari 1,0 sesuai dengan kriteria [13].

Penentuan daerah kerja. Daerah kerja adalah pernyataan batas terendah dan tertinggi analit yang dapat diterima oleh suatu alat menggunakan metode yang telah ada. Daerah kerja ditentukan dengan cara mengukur beberapa konsentrasi standar berbeda minimal 6 variasi konsentrasi yang kemudian diplotkan ke dalam grafik absorbansi versus konsentrasi. Daerah kerja juga dapat ditetapkan dengan akurasi, presisi dan linearitas yang dapat diterima. Daerah kerja yang diterima dapat dilihat secara visual melalui kurva absorbansi versus konsentrasi dari beberapa konsentrasi standard dengan nilai r yang masih menunjukkan nilai di atas 0,9 dan nilai transmitansi 20-65% atau nilai absorbansi antara 0,2-0,8 [14].

Uji batas deteksi dan kuantisasi. Batas deteksi (LOD, *Limit of Detection*) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko [14]. Batas kuantisasi Batas kuantisasi (*Limit of Quantitation*, LOQ) adalah jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat diukur secara kuantitatif dengan presisi dan akurasi sesuai. Uji batas deteksi dan batas kuantisasi dilakukan dengan melakukan pengukuran absorbansi terhadap blanko sebanyak 7 kali pengulangan lalu dihitung deviasi standar respon blanko.

$$\text{LOD} = \text{nilai rata-rata blanko} + 3\text{SD}$$

$$\text{LOD} = \text{nilai rata-rata blanko} + 10\text{SD}$$

Uji presisi. Presisi (keeksamaan) merupakan derajat penyesuaian antara beberapa hasil analisis yang diukur dengan cara yang sama [15]. Presisi berhubungan dengan hasil suatu metode bila pengukuran itu berulang-ulang pada sampel yang homogen pada kondisi terkontrol. Presisi suatu metode dapat diuji dengan pengulangan analisis, apabila variasi hasilnya kecil, maka dikatakan bahwa kecermatan pengukuran tersebut tinggi [16]. Presisi dinyatakan sebagai deviasi standar (SD) atau deviasi standar relative (koefisien variansi, RSD). Presisi dapat diartikan pula sebagai derajat reproduktibilitas atau keterulangan dari prosedur analisis. Kriteria presisi diberikan jika metode memberikan simpangan baku relative atau koefisien variasi 2% atau kurang.

Uji akurasi. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% *recovery*) dari bahan baku (*spike recovery*) dan metode penambahan bahan baku (*standard addition method*). Persen perolehan kembali seharusnya tidak melebihi nilai presisi RSD. Rentang kesalahan yang diijinkan pada setiap konsentrasi analit pada matriks yaitu 80-120% [15]. Perhitungan perolehan kembali dapat ditetapkan dengan rumus sebagai berikut:

$$\% \text{ perolehan kembali} = \frac{(C_v - C_A)}{C_A^*}$$

C_v = konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

C_A = konsentrasi sampel sebenarnya

C_A^* = konsentrasi analit yang ditambahkan

Hasil dan Pembahasan

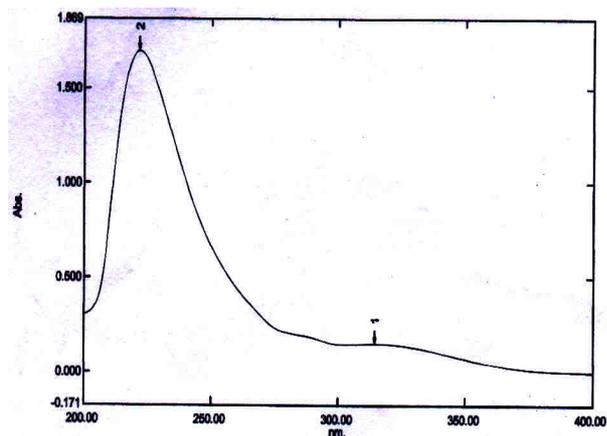
Analisis siklamat secara spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit.

Penentuan panjang gelombang maksimum menggunakan larutan natrium siklamat dalam akuades yang telah direaksikan H_2SO_4 menghasilkan larutan jernih tidak berwarna dan panas. Penambahan H_2SO_4 bertujuan untuk mengubah natrium siklamat menjadi asam siklamat. Larutan asam siklamat didinginkan, diekstrak dengan etil asetat membentuk asam siklamat dalam fase organik. Selanjutnya asam siklamat diekstraksi ke dalam akuades. Hasil ekstrak tersebut berupa larutan jernih tidak berwarna yang kemudian ditambah NaOH dan sikloheksana. NaOH berfungsi untuk memberikan suasana basa. Pada tahap ini yang diambil merupakan lapisan air yang jernih dan tidak berwarna. Lapisan air tersebut ditambah dengan H_2SO_4 , sikloheksana dan hipoklorit membentuk 2 lapisan, lapisan atas (larutan sikloheksana jernih berwarna sedikit kuning) dan lapisan bawah jernih tidak berwarna. Lapisan sikloheksana diambil dan dilakukan pencucian dengan NaOH dan akuades membentuk larutan jernih tidak berwarna. Sikloheksana berfungsi sebagai pengekstrak siklamat. Pada lapisan sikloheksana ini siklamat telah terekstrak di dalamnya dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 200-400 nm. Blanko yang digunakan mengandung semua pereaksi kecuali natrium siklamat. Spektrum absorpsi larutan siklamat 100 ppm dapat dilihat pada Gambar 1.

Panjang gelombang maksimal hasil pengukuran adalah 221,40 nm dengan nilai

absorbansi 1,699 dan 314,4 nm dengan nilai absorbansi 0,150. Sikloheksana mengabsorbir cahaya pada panjang gelombang 210 nm [18], sehingga 221,40 nm merupakan puncak dari pelarut sikloheksana. Panjang gelombang maksimal ditetapkan pada 314,40 nm. Hasil ini hampir sama dengan hasil penelitian sebelumnya, yaitu Darlina BR Purba [11] dan Apriyana BR Purba [12] dan Nurain A. Hadju [8].

Reaksi antara siklamat dengan hipoklorit dalam suasana asam dan reaksi setelah penambahan NaOH dapat dilihat pada Gambar 2. Kurva kalibrasi mengikuti persamaan garis $Y=0,00112X - 0,03673$, dan nilai koefisien korelasi sebesar 0,99824. Nilai koefisien korelasi ini menyatakan korelasi antara absorbansi (Y) dan konsentrasi (X) sangat kuat. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh nilai parameter validasi seperti pada Tabel 1.

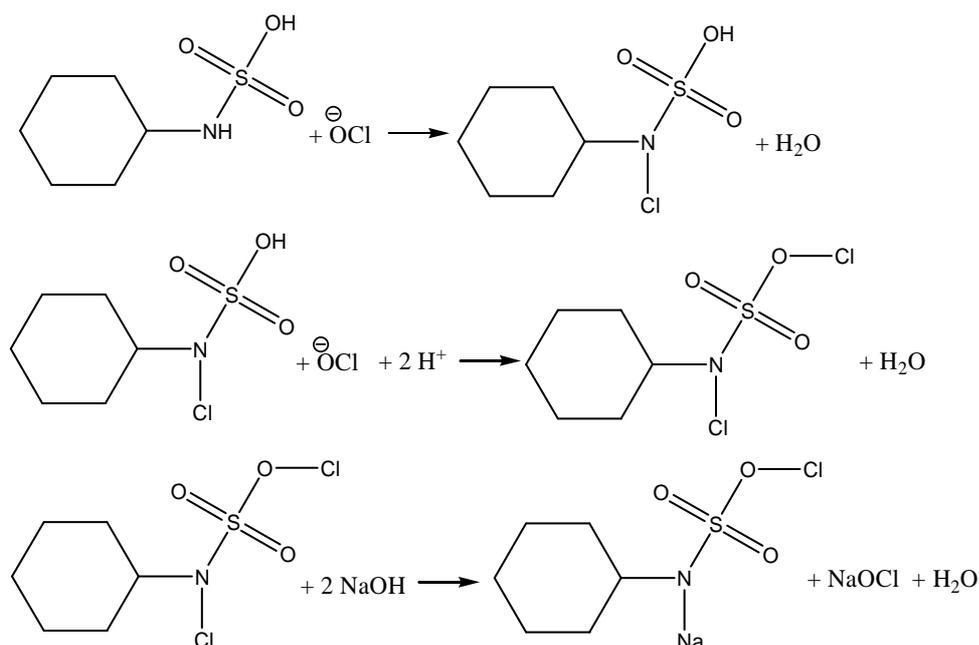


Gambar 1. Spektrum absorpsi larutan siklamat

Tabel 1. Nilai parameter validasi metode spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit.

| Parameter | Nilai |
|----------------------------|---------------|
| Daerah kerja (ppm) | 211,36-747,08 |
| Batas deteksi (ppm) | 53,602826 |
| Batas kuantitasi (ppm) | 66,99475 |
| Presisi (RSD, %) | 4,60 |
| Akurasi (galat relatif, %) | 8,8. |

Hasil ini menunjukkan bahwa nilai terkecil yang dapat dideteksi dan memberi respon yang sangat signifikan dengan metode ini yaitu sebesar 53,602826 ppm. Kuantitasi terkecil pada analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama sebesar 66,99475 ppm.



Gambar 2. Reaksi antara siklamat dengan hipoklorit dalam suasana asam dan reaksi setelah penambahan NaOH [19]

Daerah kerja metode pengukuran ini pada jangkauan konsentrasi relatif besar yaitu (211,36-747,08) ppm sehingga tidak baik digunakan untuk mengukur analit dalam sampel dengan konsentrasi kurang dari 211,36 ppm meskipun pada konsentrasi 53,602826 ppm masih dapat terdeteksi oleh alat ukur. Pengukuran pada konsentrasi sangat rendah (dalam satuan ppm) memerlukan proses pemekatan sampel atau ekstraksi terhadap analit terlebih dahulu. Hal ini selain tidak efisien juga memerlukan tambahan tahapan prosedur sehingga juga akan menambah kesalahan pengukuran. Metode analisis siklamat secara spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit mempunyai presisi dan akurasi yang baik (valid).

Analisis siklamat secara spektrofotometri tanpa pereaksi

Panjang gelombang maksimal hasil pengukuran larutan siklamat 100 ppm adalah 200 nm dengan nilai absorbansi 0,560 dan 268,5 nm dengan nilai absorbansi 0,015. Pengukuran absorbansi selanjutnya dilakukan di daerah serapan ultra violet 200 nm. Kurva kalibrasi mengikuti persamaan regresi linier $Y=0,0046X + 0,1264$ dan nilai koefisien korelasi sebesar 0,9938. Nilai koefisien korelasi ini menyatakan korelasi antara absorbansi (Y) dan konsentrasi (X)

sangat kuat. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh nilai parameter validasi seperti pada Tabel 2. Hasil ini menunjukkan bahwa nilai terkecil yang dapat dideteksi dan memberi respon yang sangat signifikan dengan metode ini yaitu sebesar 0,5833 ppm. Kuantitasi terkecil pada analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama sebesar 1,9443 ppm. Metode analisis siklamat secara spektrofotometri UV mempunyai presisi baik namun akurasi kurang baik (tidak valid). Akurasi metode ini kurang baik dikarenakan pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 200 nm (daerah ultra violet) dan tanpa penambahan pereaksi yang selektif. Hal ini memungkinkan matriks dalam larutan sampel terukur absorbansinya sehingga nilai absorpsi terukur lebih besar dari seharusnya, lebih besar 41,28% dari seharusnya.

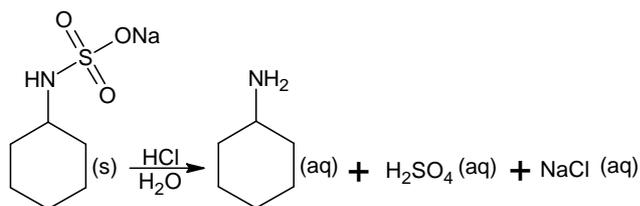
Tabel 2. Nilai parameter validasi metode spektrofotometri tanpa pereaksi

| Parameter | Nilai |
|----------------------------|-------------|
| Daerah kerja (ppm) | 16 –146,434 |
| Batas deteksi (ppm) | 0,5833 |
| Batas kuantitasi (ppm) | 1,9443 |
| Presisi (RSD, %) | 1,02145 |
| Akurasi (galat relatif, %) | 41,28 |

Penelitian ini menggunakan sampel *jelly drink* yang mengandung pewarna organik berwarna kuning. Akurasi dapat diperbaiki dengan cara mengekstrak zat warna kuning (sebagai matriks) dengan cara adsorpsi.

Analisis siklamat secara turbidimetri

Pada pengukuran dengan turbidimetri, dasarnya adalah pengukuran cahaya yang dihamburkan oleh partikel dalam campuran (suspensi). Ukuran partikel berpengaruh terhadap intensitas cahaya yang diserap, dihamburkan maupun diteruskan. Pada penelitian ini, natrium siklamat bereaksi dengan asam klorida menghasilkan amin alifatis primer (sikloheksamina), asam sulfat, dan natrium klorida. Asam sulfat yang terbentuk bereaksi dengan barium klorida membentuk endapan barium sulfat yang tersuspensi dalam campuran. Reaksi yang terjadi pada penetapan kadar natrium siklamat secara turbidimetri dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Reaksi Pembentukan BaSO_4 [20]

Pada pengukuran ini, hasil pengukuran sangat dipengaruhi oleh kesempurnaan reaksi antara natrium siklamat dan HCl serta reaksi antara asam sulfat dengan barium klorida. Selain itu, juga dipengaruhi oleh matriks yang terdapat dalam larutan sampel yang tidak dipisahkan. Oleh karena itu, presisi dan akurasi pengukuran secara turbidimetri ini kurang baik.

Kurva kalibrasi mengikuti persamaan regresi linear $Y=0,0926X + 0,3285$. Nilai koefisien korelasi (r) sebesar 0,99489 yang menyatakan korelasi antara konsentrasi (X) dan turbiditas (Y) sangat kuat. Berdasarkan hasil perhitungan diperoleh nilai parameter validasi seperti pada Tabel 3. Hasil ini menunjukkan bahwa nilai terkecil yang dapat dideteksi dan memberi respon

yang sangat signifikan dengan metode ini yaitu sebesar 0,272277 ppm. Kuantitasi terkecil pada analit dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama sebesar 0,806797 ppm.

Tabel 3. Nilai parameter validasi metode turbidimetri

| Parameter | Nilai |
|----------------------------|----------------|
| Daerah kerja (ppm) | 1,8521- 6,1717 |
| Batas deteksi (ppm) | 0,272277 |
| Batas kuantitasi (ppm) | 0,806797 |
| Presisi (RSD, %) | 7,74 |
| Akurasi (galat relatif, %) | 27,36 |

Simpulan

Kurva kalibrasi larutan standar natrium siklamat pada metode spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit, spektrofotometri UV (tanpa pereaksi), dan turbidimetri adalah linier. Daerah kerja masing-masing metode pengukuran pada konsentrasi (211,360-747,080); (16,000–146,434); dan (1,852- 6,172) ppm.

Batas deteksi metode analisis siklamat secara spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit adalah 53,602826 ppm, metode analisis siklamat secara spektrofotometri UV adalah 0,5833 ppm, dan turbidimetri adalah 0,272277 ppm.

Batas kuantitasi metode analisis siklamat secara spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit adalah 66,99475 ppm, metode analisis siklamat secara spektrofotometri UV adalah 1,9443 ppm, dan turbidimetri adalah 0,806797 ppm.

Metode analisis siklamat secara spektrofotometri dengan pereaksi hipoklorit mempunyai presisi dan akurasi yang baik (valid). Metode analisis siklamat secara spektrofotometri UV mempunyai presisi baik dan akurasi kurang baik (tidak valid). Metode analisis siklamat secara turbidimetri mempunyai presisi dan akurasi kurang baik (tidak valid).

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Universitas Negeri Yogyakarta sebagai penyandang dana penelitian dan kepada saudara Atikah Nindyasari dan Siti Fatimah serta saudara Inggit Supranata yang membantu pengambilan data penelitian di laboratorium.

Pustaka

- [1] John, M. (1997). *Kimia Makanan*, (alih bahasa oleh Kosasih Padmawinata), ITB, Bandung, 524.
- [2] Ratnani. (2009). Bahaya Bahan Tambahan Makanan bagi Kesehatan, *Momentum*, 5 (1): 16- 22.
- [3] Depkes RI, Peraturan Menteri Kesehatan RI No722/Menkes/Per/1X/88, Tahun 1988.
- [4] Badan Pengawasan Obat dan Makanan Direktorat Surveilans dan Keamanan Pangan. (2004) *Modul T*.
- [5] Budi Wibowotomo. (2010). *Jurnal Teknologi Kejuruan*, 33(1): 82-87.
- [6] Harmita. (2004). Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, 1(3): 117-135
- [7] Frieda Nurlita. (1997). *Jurnal Gravi*, 66
- [8] Nurai A. Hadju. (2012). *Skripsi Sarjana*, Fakultas Pertanian, Universitas Sam Ratulangi.
- [9] Scotter, M.J., Roberts, D.P.T., Castle, L. (2009). *Food Additives & Contaminants: Part A*, 26(5): 614-622.
- [10] Myra Merrya. (2005). *Thesis*, UMM, Malang, 2005
- [11] Darlina Br Tarigan. (2009). *Skripsi*, FMIPA, Universitas Sumatera Utara
- [12] Apriyana Br Purba. (2009). *Skripsi*, FMIPA, Universitas Sumatera Utara
- [13] Guilford, J.P. (1956). *Fundamental Statistics in Psychology and Education*, Mc Graw-Hill Book Company, New York.
- [14] Skoog, Douglas A., Holler, F.J., and Stanley R. Crouch. (2007). *Principles of Instrumen Analysis*, 20.
- [15] John Kenkel. (2002). *Analytical Chemistry for Technicians*, Third Edition, Lewis Publisher, New York, 12.
- [16] Purwanto. (2007). *Prosiding*, PPI-PDIPTN Yogyakarta, BATAN
- [17] Wood R., Nilsson A., and Wallin, H. (1998). *Quality in the Food Analysis Laboratory*. Thomas Graham House, Science Park, US.
- [18] Day Jr., R.A., dan Underwood, A.L. (2002). *Analisis Kimia Kuantitatif*, Edisi keenam, Erlangga, Jakarta, 416
- [19] Vogels. (1990). *Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*, Kalman Media Pustaka, Jakarta
- [20] Cahyadi W. (2006). *Analisis & Aspek Kesehatan Bahan Tambahan Pangan*, PT Bumi Aksara, Jakarta, 141- 142.