



METODE PENAMBAHAN STANDAR TITIK-H UNTUK PENENTUAN SIMULTAN NATRIUM BENZOAT DAN KALIUM SORBAT

ANGIE NATASYA BUDIMAN



**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2010**

© Hak cipta milik IPB (Institut Pertanian Bogor)

Bogor Agricultural University

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkannya dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



ABSTRAK

ANGIE NATASYA BUDIMAN. Metode Penambahan Standar Titik-H untuk Penentuan Simultan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat. Dibimbing oleh LATIFAH KOSIM DARUSMAN dan MOHAMAD RAFI.

Metode penambahan standar titik-H (HPSAM) dapat dijadikan suatu pilihan untuk pengembangan metode penentuan simultan konsentrasi natrium benzoat dan kalium sorbat karena memiliki presisi, akurasi, selektivitas, dan kecepatan yang baik sekali dengan metode yang relatif sederhana. HPSAM didasarkan oleh spektrofotometri dua panjang gelombang dan metode penambahan standar. Analit yang ditentukan konsentrasinya diukur secara simultan menggunakan spektrofotometri ultraviolet-sinar tampak pada pasangan panjang gelombang terpilih dan kurva kalibrasi standar pengganggu diperlukan untuk menghitung konsentrasi pengganggu. Data yang diperoleh diolah menggunakan perhitungan secara matematis. Kalium sorbat dipilih sebagai analit dan natrium benzoat sebagai pengganggu karena didapatkan akurasi yang lebih baik. Penentuan simultan konsentrasi natrium benzoat dan kalium sorbat dengan HPSAM menghasilkan pasangan panjang gelombang terpilih pada 212.2 dan 233.4 nm. Natrium benzoat dan kalium sorbat pada beberapa campuran sintetik ditentukan secara simultan pada kisaran masing-masing sebesar 4 dan 1-1.5 mg/L, dengan presisi dan akurasi yang baik.

ABSTRACT

ANGIE NATASYA BUDIMAN. H-Point Standard Addition Method for Simultaneous Determination of Sodium Benzoate and Potassium Sorbate. Supervised by LATIFAH KOSIM DARUSMAN and MOHAMAD RAFI.

H-point standard addition method (HPSAM) can be used as a method of choice for the development of simultaneous determination of sodium benzoate and potassium sorbate concentrations because of its precision, accuracy, selectivity, and rapidity, in addition to its simplicity. HPSAM is based on two-wavelength spectrophotometry and the standard addition method. Analyte concentrations to be determined were measured simultaneously using ultraviolet-visible spectrophotometry at wavelength pairs selected; the standard calibration curve of interference is needed to calculate the concentration of interference. The data obtained were processed using a mathematical calculation. Potassium sorbate was selected as the analyte and sodium benzoate was chosen as interference because it showed better accuracy. Simultaneous determination of the concentration of sodium benzoate and potassium sorbate with HPSAM produced selected wavelength pairs at 212.2 and 233.4 nm. Sodium benzoate and potassium sorbate in some synthetic mixtures were determined simultaneously in the range of 4 and 1-1.5 mg/L, respectively, with good precision and accuracy.

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



METODE PENAMBAHAN STANDAR TITIK-H UNTUK PENENTUAN SIMULTAN NATRIUM BENZOAT DAN KALIUM SORBAT

ANGIE NATASYA BUDIMAN

Skripsi
sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains pada
Departemen Kimia

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT PERTANIAN BOGOR
BOGOR
2010**

© Hak cipta milik IPB (Institut Pertanian Bogor)

Bogor Agricultural University

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkannya dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



Judul : Metode Penambahan Standar Titik-H untuk Penentuan Simultan
Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat
Nama : Angie Natasya Budiman
NIM : G44052778

Menyetujui

Pembimbing I,

Pembimbing II,

Prof. Dr. Ir. Latifah K Darusman, MS
NIP 19530824 197603 2 001

Mohamad Rafi, S.Si, M.Si
NIP 19770316 200604 1 010

Mengetahui
Ketua Departemen,

Prof. Dr. Ir. Tun Tedja Irawadi, MS
NIP 19501227 197603 2 002

Tanggal Lulus:



PRAKATA

Puji dan syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa atas segala karunia-Nya sehingga karya ilmiah ini berhasil diselesaikan. Penelitian ini bertujuan menentukan simultan konsentrasi natrium benzoat dan kalium sorbat dengan Metode Penambahan Standar Titik-H. Penelitian ini dilaksanakan sejak bulan Oktober 2009 di Laboratorium Kimia Analitik dan Laboratorium Bersama Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, IPB.

Terima kasih penulis ucapkan kepada Ibu Prof. Dr. Ir. Latifah K Darusman, MS dan Bapak Mohamad Rafi, S.Si, M.Si selaku pembimbing yang selalu memberikan saran dan meluangkan waktu selama berkonsultasi. Di samping itu, terima kasih juga penulis sampaikan kepada rekan-rekan Keluarga Mahasiswa Budhis, rekan-rekan Analitik 42, dan rekan-rekan Kimia 42 yang selalu mendampingi penulis. Penulis juga mengucapkan terima kasih kepada Bapak Dudi, Ibu Rahma, Ibu Nunung, Kak Budi, Kak Beki, dan Luthfan atas arahnya yang sangat membangun, Bapak Eman dan para laboran di Kimia Analitik atas bantuannya selama penulis menjalani penelitian. Ungkapan terima kasih juga disampaikan kepada mama, tuaku, Jovi, Kevin, Ko Edy, serta seluruh keluarga, atas segala doa dan kasih sayangnya. Semoga Tuhan senantiasa membalas kebaikan semuanya.

Penulis berharap laporan ini bermanfaat bagi penulis sendiri maupun banyak pihak.

Bogor, Maret 2010

Angie Natasya Budiman

- Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
 2. Dilarang mengurniakan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



RIWAYAT HIDUP

Penulis dilahirkan di Semarang pada tanggal 28 Mei 1987 dari ayah Yongky Budiman (Alm) dan ibu Natalina Hennyta. Penulis merupakan putri pertama dari tiga bersaudara.

Tahun 2005 penulis lulus dari SMUK Xaverius Padang dan pada tahun yang sama lulus seleksi masuk IPB melalui jalur Seleksi Penerimaan Mahasiswa Baru (SPMB). Penulis memilih Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Beasiswa pendidikan diperoleh dari Departemen Pendidikan Nasional.

Selama mengikuti perkuliahan, penulis menjadi asisten praktikum Kimia TPB pada tahun ajaran 2007/2008 dan 2009/2010, Kimia Fisik untuk mahasiswa Ekstensi Kimia dan ITP tahun ajaran 2008/2009, serta Kimia Bahan Alam pada tahun ajaran 2009/2010. Penulis juga aktif dalam kegiatan organisasi Keluarga Mahasiswa Budhis pada tahun 2007. Penulis berkesempatan menjalani Praktik Lapangan di PT Bintang Toedjoe pada tahun 2008.

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL.....	vii
DAFTAR GAMBAR	vii
DAFTAR LAMPIRAN.....	viii
PENDAHULUAN	1
TINJAUAN PUSTAKA	
Natrium Benzoat.....	1
Kalium Sorbat.....	2
Spektrofotometri Ultraviolet-Sinar Tampak (UV-Vis).....	3
Metode Penambahan Standar Titik-H	3
Evaluasi Parameter Analitik.....	4
BAHAN DAN METODE	
Alat dan Bahan	4
Metode Penelitian	5
HASIL DAN PEMBAHASAN	
Spektrum Serapan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat	6
Kurva Kalibrasi Individu Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat	6
Penentuan Panjang Gelombang Terpilih	7
Analisis Kuantitatif Simultan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat dengan HPSAM	8
SIMPULAN DAN SARAN	
Simpulan.....	12
Saran.....	12
DAFTAR PUSTAKA	12
LAMPIRAN.....	15



DAFTAR TABEL

	Halaman
1 Kurva Kalibrasi Kalium Sorbat dengan Pengaruh Natrium Benzoat	7
2 Hasil Pengukuran Analisis Kuantitatif Simultan Na-Benzoat dan K-Sorbat dengan HPSAM pada Campuran Sintetik dengan λ Terpilih 212.2 dan 233.4 nm.....	11

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1 Struktur Kimia Natrium Benzoat	2
2 Struktur Kimia Kalium Sorbat	2
3 Plot HPSAM	4
4 Hasil Spektrum Serapan untuk Campuran Na-Benzoat dan K-Sorbat (—), Na-Benzoat (—), dan K-Sorbat (—) pada λ 200 sampai 400 nm	6
5 Spektrum Serapan untuk Na-Benzoat (—) dan K-Sorbat (—) pada λ Terpilih 212.2 nm (a) dan 233.4 nm (b).....	7
6 Plot HPSAM untuk Analisis Kuantitatif Simultan Na-Benzoat dan K-Sorbat; (a) Na-Benzoat = 4.00 mg/L dan K-Sorbat = 1.00 mg/L; (b) Na-Benzoat = 4.00 mg/L dan K-Sorbat = 1.50 mg/L; (c) Na-Benzoat = 4.00 mg/L dan K-Sorbat = 2.00 mg/L pada λ Terpilih 212.2 dan 233.4 nm.....	8
7 Plot HPSAM untuk Analisis Kuantitatif Simultan Na-Benzoat dan K-Sorbat; (a) Na-Benzoat = 4.00 mg/L dan K-Sorbat = 1.00 mg/L; (b) Na-Benzoat = 6.00 mg/L dan K-Sorbat = 1.00 mg/L; (c) Na-Benzoat = 8.00 mg/L dan K-Sorbat = 1.00 mg/L pada λ Terpilih 212.2 dan 233.4 nm.....	9
8 Plot HPSAM untuk Analisis Kuantitatif Simultan Na-Benzoat dan K-Sorbat; Na-Benzoat 4 mg/L dan K-Sorbat 1 mg/L.....	9

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1 Bagan Alir Penelitian.....	16
2 Kurva Kalibrasi Individu Na-Benzozat pada 224 nm (a) dan K-Sorbat pada 254.4 nm (b).....	17
3 Serapan K-Sorbat Tanpa Pengaruh Na-Benzozat dan dengan Pengaruh Na-Benzozat pada Panjang Gelombang 254.4 nm	18
4 Spektrum Serapan untuk Na-Benzozat (—) dan K-Sorbat (—) pada Pasangan λ Terpilih.....	19
5 Persentase Galat dalam Menentukan Konsentrasi K-Sorbat dengan Pengaruh Na-Benzozat pada Beberapa Pasangan λ Terpilih.....	21
6 Persamaan Garis Linear Campuran Sintetik pada λ Terpilih.....	22
7 Persamaan Garis Linear Sampel Minuman Isotonik pada λ Terpilih	24
8 Penentuan Campuran Na-Benzozat 4 mg/L dan K-Sorbat 1 mg/L pada λ Terpilih.....	25

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.

PENDAHULUAN

Makanan olahan seperti jus buah, soda, kecap, keju, dan banyak produk lainnya dijual dengan mengandung bahan tambahan pangan untuk mencegah kerusakan produk (Pylypiw & Grether 2000). Menurut *Food and Drug Administration* (FDA) diacu dalam Watson (2002), bahan tambahan pangan merupakan zat yang secara sengaja ditambahkan ke dalam makanan untuk menghasilkan sifat fungsional tertentu pada makanan baik secara langsung atau tidak langsung dan menjadi bagian dari makanan tersebut.

Penambahan bahan pengawet dengan sifat antimikroba pada produk minuman komersial bertujuan mencegah kehilangan nutrisi akibat perubahan kimia dan mempertahankan produk selama masa simpan (Costa *et al.* 2008). Bahan pengawet utama yang digunakan dalam jus untuk menghambat pertumbuhan kapang, mencegah kerusakan produk, dan mempertahankan kesegaran adalah natrium benzoat dan/atau kalium sorbat (Pylypiw & Grether 2000), juga terdapat pada makanan dan minuman dengan pH rendah (Tfouni & Toledo 2002).

Menurut *Joint Expert Committee on Food Additives* (JECFA) diacu dalam Tfouni & Toledo (2002), penggunaan bahan tambahan pangan yang aman diungkapkan dalam harian yang dapat diterima. Nilai ADI natrium benzoat sebesar 0-5 mg/kg dan kalium sorbat sebesar 0-25 mg/kg. Efek negatif pemberian dosis natrium benzoat yang sangat tinggi adalah metabolik asidosis, sawan, *hyperpnoea*, dan asma. Kalium sorbat memiliki toksisitas rendah, yaitu *pseudo*-alergi (Tfouni & Toledo 2002). Oleh sebab itu, penentuan natrium benzoat dan kalium sorbat menjadi penting untuk mencegah efek negatif yang merugikan konsumen.

Beberapa metode analitik untuk penentuan bahan pengawet natrium benzoat dan kalium sorbat menggunakan kromatografi lapis tipis dan kromatografi cair mempergunakan resin anionik bersamaan dengan ekstraksi fase padat. Kedua metode ini menghasilkan sensitivitas tinggi, tetapi diperlukan banyak langkah yang mengakibatkan kehilangan analit selama persiapan sampel (Pylypiw & Grether 2000). Natrium benzoat dan kalium sorbat menunjukkan serapan ultraviolet (UV) yang kuat, sehingga deteksi UV merupakan metode yang biasanya dipilih dengan perbedaan panjang gelombang maksimum (λ_{maks}). Kalium sorbat menunjukkan absorbans

tertinggi sehingga dapat dideteksi lebih sensitif menggunakan cara ini (Ötles 2005).

Teknik spektrofotometri yang dikombinasikan dengan kalibrasi multivariat menunjukkan daerah linear dinamis pada kalibrasi satu komponen untuk natrium benzoat dari 2 hingga 54 mg/L dan kalium sorbat dari 1 hingga 20 mg/L (Saragih 2007). Pengukuran konsentrasi natrium benzoat dan kalium sorbat dengan membandingkan spektrofotometri dan kromatografi cair kinerja tinggi menunjukkan hasil yang berbeda untuk sampel minuman berenergi sehingga penentuan simultan natrium benzoat dan kalium sorbat menggunakan spektrofotometri UV pendekatan kalibrasi multivariat belum dapat digunakan pada sampel akibat adanya matriks-matriks pengganggu (Septaningsih 2008).

Berdasarkan penelitian Septaningsih (2008), maka dalam penelitian ini dilakukan pengembangan metode dengan menggunakan *H-Point Standard Addition Method* (HPSAM) atau metode penambahan standar titik-H untuk memperbaiki galat sistematis yang konstan dari penentuan suatu analit dan matriks sampel, menentukan konsentrasi analit akibat adanya gangguan langsung, serta menentukan konsentrasi pengganggu yang berada di dalamnya. Metode ini didasarkan oleh spektrofotometri dua panjang gelombang dan metode penambahan standar (Bosch-Reig & Campins-Falco 1988); memiliki presisi, akurasi, selektivitas, dan kecepatan yang baik sekali dengan metode yang relatif sederhana (Safavi *et al.* 2004). HPSAM menggunakan perhitungan secara matematis untuk menentukan simultan konsentrasi natrium benzoat dan kalium sorbat.

TINJAUAN PUSTAKA

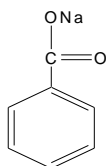
Natrium Benzoat

Natrium benzoat (C_6H_5COONa) merupakan bahan pengawet yang umum digunakan. Natrium benzoat berupa padatan putih, tak berbau, larut dalam air, serta memiliki BM 144.11 g/mol dan titik leleh di atas 300°C (Chipley 1983). Asam benzoat terdapat secara alami pada beri, prem, kayu manis, dan cengkeh. Asam benzoat yang tidak berdisosiasi memiliki aktivitas antimikroba yang optimum pada kisaran pH 2.5–4.0, cocok digunakan dalam makanan asam seperti jus buah, minuman berkarbonasi, dan acar. Umumnya digunakan garam natrium dari asam benzoat, yang larut dalam air daripada

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang memurnikan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.

bentuk asamnya (Fennema 1996). Struktur kimia natrium benzoat ditampilkan oleh Gambar 1.



Gambar 1 Struktur kimia natrium benzoat.

Natrium benzoat sering digunakan dalam kombinasi dengan asam sorbat atau paraben, dan tingkat penggunaannya berkisar dari 0.05 sampai 0.1% (b/v) (Fennema 1996). Batas maksimum penggunaan natrium benzoat dalam minuman ringan sebesar 600 mg/kg (SNI 1995).

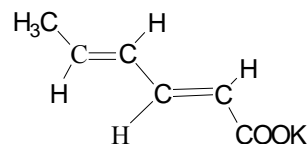
Natrium benzoat bekerja dengan baik dalam media asam untuk menghambat pertumbuhan khamir, kapang, dan bakteri. Natrium benzoat digunakan dalam beragam produk, seperti kosmetik dan obat-obatan, tetapi lebih banyak terdapat dalam makanan dan minuman seperti soda dan jus buah untuk mempertahankan kesegaran (Pylypiw & Grether 2000).

Natrium benzoat lebih efektif menghambat khamir dan bakteri daripada kapang, dan pada keasaman yang tinggi (konsentrasi 25 ppm) akan menghambat pertumbuhan kapang. Pemakaian natrium benzoat tidak diperbolehkan melebihi konsentrasi *enzymatic* dan *non-enzymatic browning*, tidak bereaksi dengan zat-zat dari kandungan bahan pangan seperti halnya SO_2 , dan tidak menyebabkan korosi pada kaleng (Muchtadi 2008).

Menurut Lopez *et al.* (1998), mekanisme kerja bahan pengawet yang terdiri dari asam-asam organik adalah berdasarkan permeabilitas dari membran sel mikroba terhadap molekul-molekul asam yang tidak terdisosiasi. Isi sel mikroba mempunyai pH yang selalu netral. Bila sitoplasma mempunyai pH yang lebih asam atau basa maka akan terjadi gangguan pada organ-organ sel sehingga metabolisme dalam sel menjadi terhambat. Jika gangguan ini sampai merusak isi sel maka mikroba akan mati. Asam atau garam organik dapat menembus sel mikroba. Namun, bila berada dalam sel mikroba yang mempunyai pH netral maka asam atau garam organik tersebut akan terdisosiasi di dalamnya dan ion yang dibentuk menyebabkan pH sel menjadi rendah (suasana asam) sehingga akan merusak sel mikroba.

Kalium Sorbat

Asam sorbat (asam 2,4-heksadienat) lazim digunakan dalam bentuk garam kalium sorbat, mempunyai spektrum yang luas dalam menghambat khamir dan kapang, tetapi tidak efektif menghambat bakteri. *Lactobacilli*, *Staphylococci*, dan *Clostridia* (termasuk *Clostridium botulinum*) tidak dapat dihambat dengan kalium sorbat (Muchtadi 2008). Kalium sorbat tergolong asam lemak tak jenuh yang digunakan untuk menghambat pertumbuhan kapang dalam jus (Pylypiw & Grether 2000). Kalium sorbat berbentuk serbuk hablur dan butiran warna putih sampai agak coklat kekuning-kuningan, tidak berbau atau berbau lemah, dan memiliki titik leleh sebesar 270°C (CFNP TAP 2002).



Gambar 2 Struktur kimia kalium sorbat.

Penggunaan asam sorbat dan garamnya untuk makanan bervariasi bergantung pada jenis makanannya (Tfouni & Toledo 2002). Kalium sorbat dengan kadar 0.1-0.2% (b/v) digunakan sebagai bahan pengawet dalam minuman (Pylypiw & Grether 2000). Batas maksimum penggunaan kalium sorbat dalam minuman ringan sebesar 600 mg/kg (SNI 1995).

Bahan pengawet menunjukkan reaktivitas rendah dan dapat dengan mudah diisolasi dari makanan atau matriks minuman menggunakan distilasi uap setelah asidifikasi, ekstraksi distilat dengan pelarut yang sesuai. Akan tetapi harus diperhatikan bahwa rantai karbon pada kalium sorbat tidak jenuh sehingga mengalami oksidasi dalam larutan encer (*Official Methods of Analysis of AOAC International* diacu dalam Ötles 2005).

Asam sorbat lebih efektif pada keasaman yang tinggi daripada asam benzoat. Kalium sorbat digunakan dalam pembuatan kue, keju dan produk-produk keju, dan pada beberapa bahan pangan semi basah, bertindak sebagai antimikotik atau antikapang (Muchtadi 2008). Asam sorbat terutama efektif dalam mencegah pertumbuhan kapang, dan menimbulkan sedikit rasa pada konsentrasi sampai 0.3% (b/v). Aktivitas asam sorbat meningkat dengan menurunnya pH, menunjukkan bahwa bentuk tidak terdisosiasi lebih bersifat inhibitor daripada bentuk terdisosiasi. Secara



umum, asam sorbat efektif sampai pH 6.5, di atas kisaran pH efektif asam benzoat (Fennema 1996).

Kalium sorbat larut dalam air dan etanol. Kelarutan asam sorbat dalam air akan meningkat dengan meningkatnya suhu (Chipley 1983). Semakin rendah pH semakin tinggi jumlah molekul asam sorbat yang terdisosiasi. Molekul-molekul asam sorbat yang tidak terdisosiasi dapat menghambat aktivitas mikroorganisme dengan cara mengganggu sistem pengambilan substrat seperti asam amino, fosfat organik, dan sebagainya (Mihyar *et al.* 1997).

Asam sorbat tidak menyebabkan gangguan fisiologis dalam tubuh. Hal ini dikarenakan asam sorbat dimetabolisme menjadi CO₂ dan H₂O sama halnya dengan asam lemak lain yang secara normal ditemukan dalam tubuh, tidak berbau, dan tidak berasa (Mihyar *et al.* 1997). Asam sorbat juga tidak menyebabkan korosi, mudah dicampurkan sehingga dapat digabungkan dengan bahan pengawet lain. Sebagai bahan pengawet, asam sorbat dan garamnya termasuk dalam kelompok GRAS (*Generally Recognized as safe*) (Tfouni & Toledo 2002).

Spektrofotometri Ultraviolet-Sinar Tampak (UV-Vis)

Metode analisis dengan spektrofotometri UV-Vis didasarkan pada pengukuran daya sinar ultraviolet atau tampak yang diserap oleh sejumlah grup fungsional (kromofor) yang mengandung elektron valensi dengan energi eksitasi rendah sebagai fungsi dari panjang gelombang. Alat yang digunakan, yaitu spektrofotometer (Skoog *et al.* 2004). Prinsip spektrofotometer terdiri dari sumber radiasi, monokromator, sel absorpsi, detektor radiasi, dan alat pembacaan persen transmitansi atau absorbans (Khopkar 1990).

Spektrum elektromagnetik yang dihasilkan berada pada daerah UV dengan panjang gelombang berkisar dari 190 sampai 400 nm dan daerah tampak dari 400 sampai 750 nm. Adanya ikatan ganda terkonjugasi menyebabkan tingkat-tingkat energi elektronik pada kromofor bergerak lebih dekat. Oleh sebab itu, energi yang dibutuhkan untuk transisi berkurang dan panjang gelombang menjadi lebih besar (Pavia *et al.* 2009).

Penyerapan UV/Vis biasanya hasil dari eksitasi elektron ikatan sehingga panjang gelombang puncak-puncak serapan dapat dihubungkan dengan tipe-tipe ikatan yang ada dalam senyawa. Senyawa-senyawa organik

mampu menyerap radiasi elektromagnetik karena mengandung elektron valensi yang dapat tereksitasi ke tingkat energi lebih tinggi (Skoog *et al.* 2004).

Penyerapan sinar tampak dan UV oleh suatu molekul dapat dihubungkan dengan kandungan analit dalam contoh. Hukum Lambert menyatakan bahwa fraksi penyerapan sinar tergantung dari tebal media yang dilalui sinar, sedangkan hukum Beer menyatakan bahwa penyerapan sebanding dengan jumlah molekul yang dapat menyerap. Berdasarkan hukum Lambert-Beer dapat diketahui hubungan antara absorbans, ketebalan media, dan konsentrasi suatu bahan. Persamaan Lambert-Beer:

$$A = \epsilon \cdot b \cdot C$$

A adalah serapan analit (absorbans), ϵ adalah absorptivitas molar (L mol⁻¹ cm⁻¹), b adalah ketebalan lapisan larutan analit atau panjang jalur serapan (cm), dan C adalah konsentrasi analit (mol/L) (Sudjadi 1985).

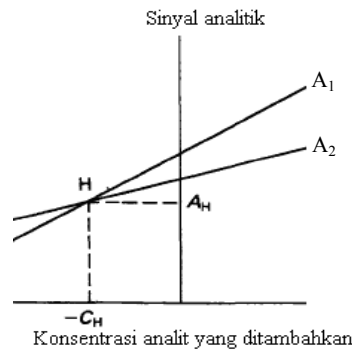
Metode Penambahan Standar Titik-H

Analisis dua komponen pada metode penambahan standar konvensional didasarkan oleh nilai absorptivitas molar (ϵ) dari kedua spesi dan pengukuran absorbans sampel yang mengandung kedua spesi pada dua λ_{maks} dari masing-masing spesi. Nilai absorbans sampel pada dua λ_{maks} tersebut merupakan jumlah dari persamaan Lambert-Beer pada kedua spesi. Lalu dilakukan substitusi pada salah satu persamaan sehingga konsentrasi kedua spesi dalam sampel dapat diketahui. Galat yang kecil dalam salah satu absorptivitas molar atau absorbans akan menyebabkan galat yang besar dalam penentuan konsentrasi spesi (Harvey 2000). Oleh sebab itu, pengembangan metode penambahan standar perlu dilakukan.

Metode penambahan standar titik-H (HPSAM) yang dikembangkan oleh Bosch-Reig & Campins-Falco (1988) merupakan modifikasi dari metode penambahan standar yang dapat mentransformasi galat yang tak dapat diperbaiki akibat adanya gangguan langsung pada penentuan suatu analit menjadi galat sistematis yang konstan yang dapat dievaluasi dan diperbaiki. Keuntungan HPSAM dapat menghilangkan keberadaan pengganggu dan pereaksi blangko, serta menentukan dua komponen secara simultan dengan cakupan luas bahkan dalam spektrum yang bertumpang tindih sempurna. Metode ini juga dapat memperbaiki secara langsung galat

proporsional dan konstan yang dihasilkan oleh matriks sampel (Afkhami & Sarlak 2005).

HPSAM menggunakan data sinyal analitik pada dua panjang gelombang terpilih. Gambar 3 merupakan plot antara sinyal analitik dan konsentrasi analit yang ditambahkan, dua buah garis lurus akan dihasilkan yang saling berpotongan pada sebuah titik yang disebut sebagai titik-H dengan koordinat $-C_H$, A_H . Nilai pada titik $-C_H$ merupakan konsentrasi analit yang tak diketahui dan A_H adalah sinyal analitik dari pengganggu (Bosch-Reig & Campins-Falco 1988).



Gambar 3 Plot HPSAM.

HPSAM dapat diaplikasikan untuk resolusi campuran dari dua komponen dalam suatu campuran yang tumpang tindih sebagian ataupun sempurna dengan bentuk spektrum yang berbeda walaupun mempunyai λ_{maks} yang hampir sama. Oleh karena itu, metode ini umumnya digunakan untuk analisis multikomponen (Campins-Falco *et al.* 1992). Metode ini telah diaplikasikan pada spesiasi logam seperti Fe dan V (Abdollahi *et al.* 2003), Co dan Ni (Afkhami & Bahram 2004), Fe dan Co (Safavi & Nezhad 2004), Zn dan Co (Arvand *et al.* 2007), Cr(VI) dan Mo(VI) (Aulina 2007), serta Cr(III) dan Cr(VI) (Rafi 2009); analisis data kinetika dengan adanya tambahan variabel waktu untuk spesiasi logam seperti Sb(IV) dan Sb(III) (Abbaspour *et al.* 2004) dan Be dan Al (Afkhami & Zarei 2004a), dan studi kesetimbangan kompleks pada sistem misel (Abdollahi & Zeinali 2004). Selain digunakan untuk analisis simultan logam, metode ini dapat juga digunakan untuk analisis simultan bahan organik seperti hidrazin dan asetaldhidrazin (Afkhami & Zarei 2004b), penentuan simultan beberapa pewarna makanan/minuman (Hajimahmoodi *et al.* 2008), fenol dan *o*-cresol (Bosch-Reig *et al.* 1996), serta parasetamol dan kafein (Tavallali & Sheikhaei 2009).

Evaluasi Parameter Analitik

Suatu evaluasi parameter analitik dibutuhkan untuk mengukur sejauh mana suatu metode analisis dapat dipercaya. Menurut *International Conference on Harmonization (ICH)* diacu dalam Huber (2007), ada tujuh jenis parameter analitik yaitu akurasi, presisi, spesifisitas, batas deteksi, batas kuantitasi, linearitas, dan rentang.

Metode analisis menentukan parameter analitik yang perlu dievaluasi. Menurut *International Conference on Harmonization (ICH)* diacu dalam Huber (2007), parameter yang dievaluasi pada penentuan kadar adalah akurasi, presisi, spesifisitas, linearitas, dan rentang.

Akurasi adalah kedekatan hasil yang diperoleh terhadap nilai sesungguhnya. Presisi adalah derajat kesesuaian antara hasil analisis individu jika metode analisis diterapkan berulang-ulang terhadap contoh berganda dari suatu contoh homogen. Spesifisitas untuk menilai dengan jelas analit di antara adanya komponen lain di dalam suatu sampel. Linearitas adalah kemampuan metode memberikan hasil (dalam batas rentang yang ditetapkan) yang sebanding dengan konsentrasi analit dalam sampel. Rentang adalah suatu interval antara tingkat konsentrasi analit terbesar dan terkecil yang menunjukkan hasil analisis dengan akurasi, presisi, dan linieritas yang baik (Huber 2007).

Batas deteksi untuk membenarkan bahwa jumlah analit berada di atas atau di bawah suatu konsentrasi tertentu. Batas kuantitasi adalah jumlah analit yang paling rendah dalam suatu sampel yang dapat ditetapkan (Huber 2007).

BAHAN DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah peralatan kaca, neraca analitik (Sartorius), spektrofotometer UV-Vis model UV-1700 (Shimadzu) dengan tebal kuvet 1 cm dan dilengkapi dengan peranti lunak UV-Probe versi 2.21.

Bahan-bahan yang digunakan adalah natrium benzoat (Aldrich), kalium sorbat (Sigma-Aldrich), sampel minuman isotonik, dan air bebas ion.

Metode Penelitian

Penelitian meliputi pembuatan spektrum serapan Na-benzoat dan K-sorbat, kurva kalibrasi individu dan campuran dari Na-benzoat dan K-sorbat, penentuan panjang gelombang terpilih, serta analisis kuantitatif simultan Na-benzoat dan K-sorbat dalam campuran sintetis dan sampel minuman isotonik dengan HPSAM. Selanjutnya, dilakukan uji presisi dan akurasi (Lampiran 1).

Pembuatan Larutan Stok Standar Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat

Konsentrasi masing-masing larutan Na-benzoat dan K-sorbat yang dibuat sebesar 100 mg/L dengan menimbang sebanyak 0.01 g yang dilarutkan menggunakan air bebas ion pada labu takar 100 mL.

Pembuatan Spektrum Serapan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat

Spektrum serapan sinar UV Na-benzoat dengan konsentrasi 12 mg/L dan K-sorbat dengan konsentrasi 3 mg/L tersebut dibuat pada panjang gelombang antara 200-400 nm dengan interval 0.2 nm dan kecepatan payar medium. Data yang diperoleh berupa kurva hubungan λ terhadap absorbans. λ_{maks} didapat pada nilai absorbans tertinggi.

Kurva Kalibrasi Individu

Untuk kurva kalibrasi Na-benzoat, larutan standar Na-benzoat dibuat dengan konsentrasi 2 mg/L, 4 mg/L, 6 mg/L, 8 mg/L, 10 mg/L, 12 mg/L, dan 14 mg/L. Untuk kurva kalibrasi K-benzoat, larutan standar K-sorbat dibuat dengan konsentrasi 1 mg/L, 1.5 mg/L, 2 mg/L, 2.5 mg/L, 3 mg/L, 3.5 mg/L, dan 4 mg/L (Saragih 2007). Absorbans tiap larutan diukur pada λ_{maks} masing-masing. Evaluasi kurva kalibrasi dilakukan dengan menentukan besarnya koefisien korelasi (R^2).

Kurva Kalibrasi Campuran

Kurva kalibrasi K-sorbat ditambahkan Na-benzoat dengan konsentrasi tetap, yaitu 4 mg/L, 6 mg/L, dan 8 mg/L. Absorbans tiap larutan diukur pada λ_{maks} K-sorbat. Evaluasi kurva kalibrasi dilakukan dengan menentukan besarnya koefisien korelasi (R^2) dan dibandingkan dengan kurva kalibrasi K-sorbat untuk mengetahui ada tidaknya pengaruh Na-benzoat.

Penentuan Panjang Gelombang Terpilih

Spektrum serapan Na-benzoat dan K-sorbat ditumpangtindihkan, lalu dipilih sepasang λ (λ_1 dan λ_2) yang memberikan nilai absorbans yang sama untuk Na-benzoat.

Analisis Kuantitatif Simultan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat dengan HPSAM

Analit yang dipilih pada penelitian ini adalah K-sorbat dan senyawa pengganggu adalah Na-benzoat. Beberapa campuran sintetis dibuat dengan komposisi konsentrasi campuran (Na-benzoat, K-sorbat) untuk contoh A (4,1); B (4, 1.5); C (4, 2); D (6, 1); E (6, 1.5); F (6, 2); G (8, 1); H (8, 1.5); dan I (8, 2). Setiap komposisi campuran ditambahkan 0.5 mg/L, 1 mg/L, 1.5 mg/L, 2 mg/L, 2.5 mg/L, dan 3 mg/L K-sorbat sehingga memberikan konsentrasi akhir K-sorbat 1-4 mg/L untuk contoh A, D, dan G. Untuk contoh B, E, dan H dibuat konsentrasi akhir K-sorbat 1.5-4 mg/L. Untuk contoh C, F, dan I dibuat konsentrasi akhir K-sorbat 2-4 mg/L. Masing-masing komposisi dibuat lima kali ulangan. Absorbans tiap larutan diukur pada λ terpilih.

Larutan stok K-sorbat sebanyak 0.25 mL, 0.50 mL, 0.75 mL, 1.00 mL, 1.25 mL, 1.50 mL, dan 1.75 mL masing-masing dimasukkan ke dalam labu takar 100 mL. Lalu ke dalam labu takar tersebut ditambahkan 1 mL sampel minuman isotonik dan ditera dengan air bebas ion. Pengukuran dibuat lima kali ulangan. Absorbans tiap larutan kemudian dibaca pada λ terpilih.

Berdasarkan data yang diperoleh, dibuat kurva hubungan konsentrasi K-sorbat yang ditambahkan terhadap absorbans. Konsentrasi Na-benzoat dan K-sorbat diperoleh dengan HPSAM.

Evaluasi Parameter Analitik

Presisi (AOAC 2002). Presisi dievaluasi dengan ulangan sebanyak lima kali pada tiap konsentrasi larutan yang digunakan dan dianalisis pada hari yang sama. Presisi suatu metode analisis dianggap baik jika hasil dari penetapan ulangan mempunyai perbedaan yang kecil satu dengan lainnya. Parameter yang digunakan adalah persentase Simpangan Baku Relatif (%SBR).

$$\%SBR = \frac{SB}{x} \cdot 100$$

Keterangan:
 SB = simpangan baku
 \bar{x} = rerata hasil pengukuran

Akurasi (AOAC 2002). Akurasi dievaluasi dengan ulangan sebanyak lima kali pada tiap konsentrasi larutan yang digunakan. Akurasi suatu metode analisis dianggap baik jika nilai teoritis mendekati nilai yang terukur. Parameter yang digunakan adalah persentase galat relatif.

$$\% \text{Galat relatif} = \frac{a - b}{b} \times 100$$

Keterangan:
 a = konsentrasi terukur
 b = konsentrasi teoritis

HASIL DAN PEMBAHASAN

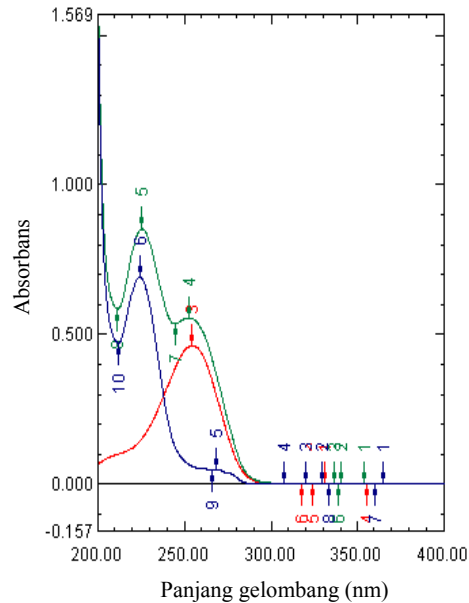
Spektrum Serapan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat

Pengukuran absorbans umumnya dilakukan pada panjang gelombang yang memberikan serapan maksimum (λ_{maks}) karena di daerah ini absorbans paling peka terhadap perubahan konsentrasi dan paling kurang peka terhadap perubahan panjang gelombang (Skoog *et al.* 2004). Gambar 4 menunjukkan bahwa spektrum serapan Na-benzoat dengan λ_{maks} pada 224 nm dan K-sorbat pada 254.4 nm. Menurut Pylypiw dan Grether (2000), Na-benzoat dan K-sorbat memiliki λ_{maks} sebesar 225 nm dan 255 nm.

Karena kebanyakan molekul organik kompleks menyerap radiasi di atas 180 nm, pada daerah 200-400 nm terlihat satu atau lebih puncak yang menunjukkan keberadaan ikatan rangkap (Skoog *et al.* 2004). Pemilihan pelarut sangat penting untuk spektroskopi UV. Pelarut tidak boleh menyerap radiasi UV dalam daerah di mana spektrum senyawa diukur. Air merupakan pelarut yang sering digunakan karena tembus cahaya di daerah spektrum UV sampai 190 nm (Pavia *et al.* 2009). Oleh karena itu, air digunakan sebagai pelarut pada penelitian ini.

Gambar 4 menunjukkan bahwa spektrum serapan Na-benzoat dan K-sorbat bertumpang tindih sempurna sehingga tak ada satu panjang gelombang pun yang nilai absorbansnya tanpa dipengaruhi komponen lain. Sinyal analitik dari dua komponen (analit dan pengganggu) dalam suatu campuran harus sama dengan jumlah sinyal individu kedua komponen pada

HPSAM (Arvand *et al.* 2007). Spektrum serapan campuran pada Gambar 4 menunjukkan jumlah absorbans individu Na-benzoat dan K-sorbat. Semakin luas tumpang tindih maka akan semakin sulit untuk membuat resolusi karena respons yang dihasilkan kedua komponen mirip.



Gambar 4 Hasil spektrum serapan untuk campuran Na-benzoat dan K-sorbat (—), Na-benzoat (—), dan K-sorbat (—) pada λ 200 sampai 400 nm.

Kurva Kalibrasi Individu Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat

Sebanyak lima kurva kalibrasi dibuat untuk menguji kesesuaiannya dengan hukum Lambert-Beer. Kurva kalibrasi tersebut, yaitu Na-benzoat dan K-sorbat (Lampiran 2), serta K-sorbat dengan adanya Na-benzoat sebesar 4, 6, dan 8 mg/L. Kurva kalibrasi individu dibuat pada kisaran konsentrasi linear 2-14 mg/L untuk Na-benzoat dan 1-4 mg/L untuk K-sorbat. Koefisien korelasi yang dihasilkan pada kisaran 0.9995-0.9999. Hal ini memperlihatkan bahwa tidak terjadi interaksi antara Na-benzoat dengan K-sorbat dan kurva kalibrasi sesuai dengan hukum Lambert-Beer, yaitu absorbans berbanding lurus dengan konsentrasi analit. Dengan memasukkan nilai absorbans larutan sampel ke dalam persamaan garis linear kurva kalibrasi, konsentrasi analit dalam larutan tersebut dapat dihitung.

Tabel 1 Kurva kalibrasi kalium sorbat dengan pengaruh natrium benzoat

Analit	Perlakuan	Persamaan garis linear	R ²
K-sorbat	Tanpa pengaruh Na-benzoat	$y = 0.0037 + 0.1537x$	0.9999
	Pengaruh Na-benzoat 4 mg/L	$y = 0.0311 + 0.1573x$	0.9999
	Pengaruh Na-benzoat 6 mg/L	$y = 0.0377 + 0.1592x$	0.9998
	Pengaruh Na-benzoat 8 mg/L	$y = 0.0518 + 0.1556x$	0.9995

Pembuatan kurva kalibrasi K-sorbat dengan adanya Na-benzoat sebesar 4, 6, dan 8 mg/L untuk mengetahui pengaruh Na-benzoat pada konsentrasi linear K-sorbat. Hal ini yang menjadi dasar penentuan simultan kedua senyawa dengan HPSAM. Pengaruh tersebut terlihat pada penurunan koefisien korelasi (R²) dibandingkan dengan tanpa pengaruh Na-benzoat (Tabel 1). Semakin besar konsentrasi Na-benzoat yang ditambahkan maka R² semakin menurun. Selain itu, kemiringan kurva kalibrasi yang berbeda menunjukkan bahwa sensitivitas atau kemampuan untuk memisahkan konsentrasi yang berbeda pada pengukuran K-sorbat menurun dengan adanya Na-benzoat. Data serapan kurva kalibrasi ditunjukkan pada Lampiran 3.

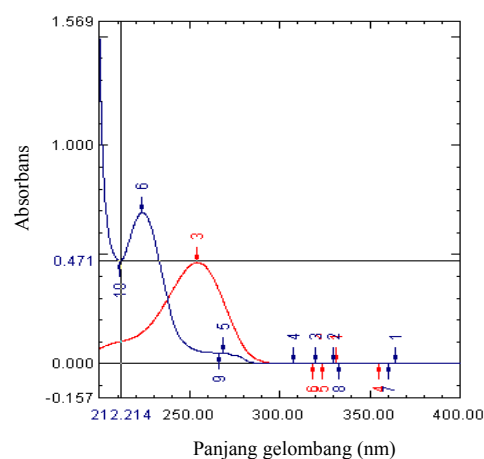
Penentuan Panjang Gelombang Terpilih

HPSAM membutuhkan spektrum dari pengganggu sebagai dasar dari pengukuran persamaan garis penambahan standar pada λ terpilih, yaitu λ_1 dan λ_2 . Prinsip penentuan λ terpilih adalah absorbans analit harus berbeda sedangkan absorbans pengganggu harus tetap sama di dua λ pada spektrum serapan pengganggu (Bosch-Reig & Campins-Falco 1988).

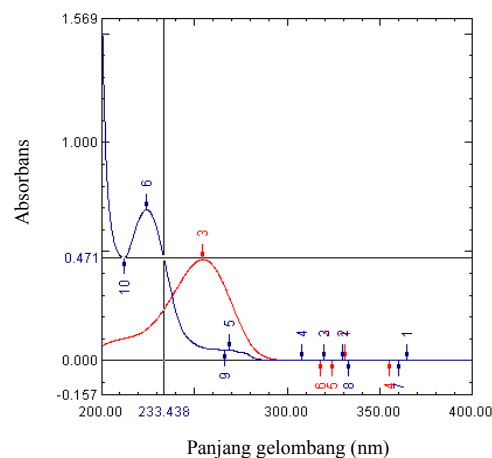
Spektrum serapan Na-benzoat pada Gambar 4 terlihat lebih landai dibandingkan dengan K-sorbat sehingga analit yang dipilih pada penelitian ini adalah K-sorbat untuk menghasilkan akurasi yang baik. Berikutnya, dapat ditentukan beberapa pasangan λ terpilih yang memiliki nilai absorbans yang sama untuk Na-benzoat. Persamaan garis standar adisi untuk analisis simultan dengan HPSAM diukur pada λ terpilih, yaitu λ_1 dan λ_2 . Dua garis lurus yang diperoleh dari persamaan tersebut harus memiliki perbedaan kemiringan yang besar untuk menghasilkan kepekaan dan akurasi yang baik (Arvand *et al.* 2007).

Beberapa pasangan λ terpilih (λ_1 , λ_2), yaitu (212.2 nm, 233.4 nm); (214.4 nm, 232.6 nm); (215.4 nm, 232 nm); (216.2 nm, 231.4 nm); dan (217 nm, 230.8 nm). Gambar 5 menunjukkan spektrum serapan pada λ

terpilih 212.2 nm dan 233.4 nm yang mempunyai nilai absorbans yang sama, yaitu 0.470 pada spektrum serapan Na-benzoat. Spektrum λ terpilih lainnya ditunjukkan pada Lampiran 4. Menurut Arvand *et al.* (2007) pada pasangan λ terpilih, absorbans analit harus linear dengan konsentrasinya dan absorbans pengganggu tetap sama walaupun konsentrasi analit berubah.



(a)



(b)

Gambar 5 Spektrum serapan untuk Na-benzoat (—) dan K-sorbat (—) pada λ terpilih 212.2 nm (a) dan 233.4 nm (b).



Analisis Kuantitatif Simultan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat dengan HPSAM

Untuk analisis dua komponen, metode ini membutuhkan dua λ (λ_1 dan λ_2) sebagai daerah kerja dengan serapan untuk spesi X mengalami perubahan sedangkan serapan spesi lainnya Y dibuat konstan ataupun sebaliknya. Komponen atau spesi yang serapannya berubah dianggap sebagai analit, sedangkan spesi yang serapannya dibuat konstan dianggap sebagai pengganggu (Campins-Falco *et al.* 1995).

Sejumlah tertentu X yang diketahui jumlahnya ditambahkan secara berturut-turut ke dalam campuran dan serapan yang dihasilkan dari pengukuran di dua λ tersebut diungkapkan dengan persamaan berikut:

$$A_{(\lambda_1)} = b_0 + b + M_{\lambda_1} \cdot C_i \dots\dots\dots(1)$$

$$A_{(\lambda_2)} = A_0 + A' + M_{\lambda_2} \cdot C_i \dots\dots\dots(2)$$

dengan $A_{(\lambda_1)}$ dan $A_{(\lambda_2)}$ merupakan sinyal analitik yang diukur pada λ_1 dan λ_2 , b_0 dan A_0 ($b_0 \neq A_0$) adalah sinyal analitik orisinal dari X pada $A_{(\lambda_1)}$ dan $A_{(\lambda_2)}$ sedangkan b dan A' adalah sinyal analitik Y pada $A_{(\lambda_1)}$ dan $A_{(\lambda_2)}$. $M_{(\lambda_1)}$ dan $M_{(\lambda_2)}$ adalah kemiringan dari kurva kalibrasi penambahan standar pada λ_1 dan λ_2 , dan C_i merupakan konsentrasi X yang ditambahkan. Dua buah garis lurus tersebut akan berpotongan di sebuah titik yang disebut titik-H.

Pada titik-H, $A_{(\lambda_1)} = A_{(\lambda_2)}$ dan $C_i = -C_H$, maka persamaan 1 dan 2 akan menjadi:

$$b_0 + b + M_{\lambda_1} (-C_H) = A_0 + A' + M_{\lambda_2} (-C_H) \dots\dots(3)$$

$$-C_H = \frac{(A_0 - b_0) + (A' - b)}{(M_{\lambda_1} - M_{\lambda_2})} \dots\dots\dots(4)$$

Dua kesimpulan yang diambil dari persamaan 4, yaitu (Campins-Falco *et al.* 1990):

1. Jika komponen Y adalah spesi pengganggu yang diketahui dan sinyal analitik yang menunjukkan Y, yaitu b (pada λ_1 dan λ_2) tidak berubah dengan adanya adisi dari analit, yaitu X maka $b = A'$ sehingga persamaan 4 menjadi:

$$-C_H = \frac{(A_0 - b_0)}{(M_{\lambda_1} - M_{\lambda_2})} = -C_X$$

maka $C_H = C_X$ yang menunjukkan konsentrasi analit dalam contoh campuran karena $-C_H$ hanya bergantung pada variabel yang berhubungan dengan analit, sehingga ekuivalen dengan persamaan berikut:

$$-C_H = \frac{(A_0 - b_0)}{M_{\lambda_1} - M_{\lambda_2}} = \frac{-b_0}{M_{\lambda_1}} = \frac{-A_0}{M_{\lambda_2}} \dots\dots\dots(5)$$

Jika nilai $-C_H$ dimasukkan ke dalam persamaan (1), A_H yang merupakan nilai ordinat pada titik-H dapat dirumuskan menjadi:

$$A_{(\lambda_1)} = b_0 + b + M_{\lambda_1} (-C_H)$$

dengan $b_0 = M_{\lambda_1} \cdot C_H$ (persamaan 6),

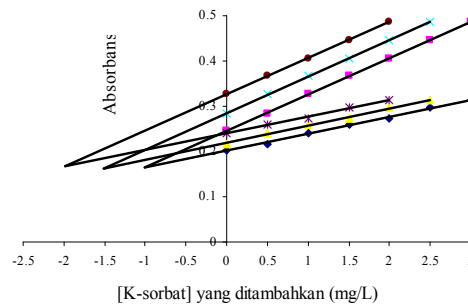
maka:

$$A_H = b$$

dan juga, $A_H = A'$

Oleh karena itu, nilai A_H hanya berhubungan dengan sinyal analitik dari Y pada dua λ yang dipilih. Konsentrasi Y dapat ditentukan dengan membuat kurva kalibrasinya berdasarkan nilai A_H yang diperoleh.

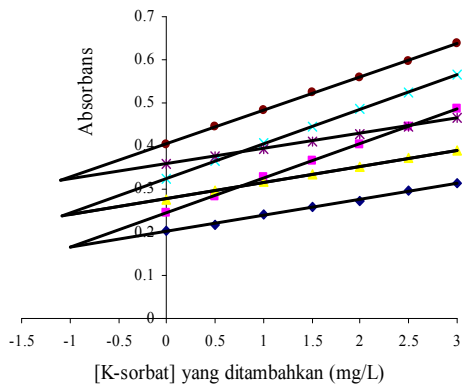
2. Jika komponen Y merupakan senyawa pengganggu yang tak diketahui, persamaan 4 dapat digunakan selama sinyal analitik Y (b di λ_1 dan A' di λ_2) tetap sama dengan adanya adisi dari analit X. Berdasarkan keterangan di atas pada titik-H, C_H independen terhadap konsentrasi Y dan A_H juga independen terhadap konsentrasi X.



Gambar 6 Plot HPSAM untuk analisis kuantitatif simultan Na-benzoat dan K-sorbat; (a) Na-benzoat = 4.00 mg/L dan K-sorbat = 1.00 mg/L; (b) Na-benzoat = 4.00 mg/L dan K-sorbat = 1.50 mg/L; (c) Na-benzoat = 4.00 mg/L dan K-sorbat = 2.00 mg/L pada λ terpilih 212.2 dan 233.4 nm.

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
 1. Diarangi mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
 2. Dilarang memurnikan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.

Beberapa campuran sintetik pada Gambar 6 menunjukkan C_H (konsentrasi analit) independen terhadap konsentrasi pengganggu.

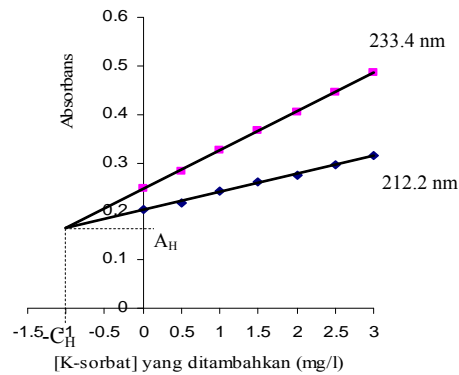


Gambar 7 Plot HPSAM untuk analisis kuantitatif simultan Na-benzoat dan K-sorbit; (a) Na-benzoat = 4.00 mg/L dan K-sorbit = 1.00 mg/L; (b) Na-benzoat = 6.00 mg/L dan K-sorbit = 1.00 mg/L; (c) Na-benzoat = 8.00 mg/L dan K-sorbit = 1.00 mg/L pada λ terpilih 212.2 dan 233.4 nm.

Gambar 7 menunjukkan A_H (absorbans untuk menentukan konsentrasi pengganggu) independen terhadap konsentrasi analit. Analit yang dipilih pada penelitian ini adalah K-sorbit dan sebagai pengganggu adalah Na-benzoat. Oleh karena itu, nilai pada titik $-C_H$ merupakan konsentrasi K-sorbit dan A_H merupakan absorbans dari Na-benzoat. Konsentrasi Na-benzoat dapat dihitung menggunakan kurva kalibrasi individunya dan nilai A_H .

Menurut Abdollahi *et al.* (2003), nilai C_H dapat dilihat sebagai rasio antara kenaikan absorbans (ΔA) dengan kenaikan kemiringan (ΔM). ΔM bergantung pada karakteristik absorpsi analit, sedangkan ΔA bergantung pada konsentrasi analit dalam sampel. Sebelumnya telah diteliti oleh Campins-Falco *et al.* (1995) bahwa semakin besar kenaikan kemiringan maka akan semakin kecil galat dalam menentukan konsentrasi analit.

Beberapa pasangan λ terpilih pada Lampiran 4 akan diseleksi menjadi satu pasangan λ terpilih. Lampiran 5 menunjukkan bahwa ΔM yang tertinggi pada λ terpilih (212.2 nm; 233.4 nm) dengan % galat relatif terkecil sehingga λ terpilih (212.2 nm; 233.4 nm) dipilih untuk menghasilkan akurasi yang baik.



Gambar 8 Plot HPSAM untuk analisis kuantitatif simultan Na-benzoat dan K-sorbit; Na-benzoat 4 mg/L dan K-sorbit 1 mg/L.

Gambar 8 menunjukkan plot HPSAM untuk campuran Na-benzoat dan K-sorbit. Titik-H pada plot HPSAM ini (-1.0070, 0.164) yang berarti nilai $-C_H$ sebesar -1.0070 merupakan konsentrasi K-sorbit, yaitu 1 mg/L. Jika dibandingkan dengan nilai teoritis, yaitu 1 mg/L maka diperoleh % galat sebesar 0.7%. Untuk campuran dengan Na-benzoat 6 mg/L dan 8 mg/L, konsentrasi K-sorbit yang ditemukan sebesar 1.0837 mg/L dan 1.1040 mg/L (Gambar 7). Nilai A_H sebesar 0.164 merupakan absorbans Na-benzoat. Untuk menentukan konsentrasi Na-benzoat, nilai A_H dimasukkan ke dalam kurva kalibrasi individunya pada 233.4 nm, yaitu $y = 0.0066 + 0.0389x$. Perhitungan konsentrasi secara matematis menggunakan persamaan 5 dan 6. Persamaan garis linear pada beberapa campuran sintetik ditunjukkan pada Lampiran 6 dan untuk sampel minuman isotonic pada Lampiran 7.

Analisis kuantitatif simultan Na-benzoat dan K-sorbit dengan HPSAM yang telah dilakukan, selanjutnya dibuat keterulangan metode ini sebanyak lima kali untuk dievaluasi (Tabel 2). Tabel 2 menunjukkan hasil analisis campuran Na-benzoat dan K-sorbit pada berbagai rasio konsentrasi dengan K-sorbit sebagai analit. Pengukuran konsentrasi Na-benzoat pada contoh A, E, F, H adalah 0.52%, 0.36%, 0.15%, 0.93% yang berarti sangat akurat (%Galat relatif < 1); dan pada contoh B, C, D, G, I adalah 1.58%, 2.39%, 1.07%, 1.08%, 1.55% yang berarti cukup akurat (%Galat relatif 1-5) menurut Harvey (2000).

Pengukuran konsentrasi K-sorbit pada contoh B adalah 0.38% yang berarti sangat

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang
 1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
 2. Dilarang mengumumkannya dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



akurat (%Galat relatif < 1), pada contoh A, C, E, F adalah 2.18%, 2.93%, 3.39%, 3.31% yang berarti cukup akurat (%Galat relatif 1-5); dan pada contoh D, G, H, I adalah 5.28%, 11.84%, 9.66%, 6.34% yang berarti kurang akurat (%Galat relatif > 5) menurut Harvey (2000).

Pengukuran konsentrasi Na-benzoat pada contoh A, D, E, F, G, H, I adalah 1.95%, 1.56%, 1.42%, 1.55%, 1.27%, 1.85%, 1.01% yang berarti teliti (%SBR 1-2), dan pada contoh B, C adalah 2.08%, 3.81% yang berarti cukup teliti (%SBR 2-5) menurut AOAC (2002).

Pengukuran konsentrasi K-sorbit pada contoh A, B, C, D, E, F, G, H, dan I adalah 3.09%, 3.78%, 3.31%, 2.86%, 2.71%, 4.28%, 4.06%, 3.14%, dan 3.00% yang berarti cukup teliti (%SBR 2-5) menurut AOAC (2002).

Nilai % galat relatif pada contoh A, D, dan G semakin tinggi dengan konsentrasi K-sorbit yang sama. Hal yang sama juga terlihat pada contoh B, E, H; serta contoh C, F, I. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi Na-benzoat yang ditambahkan berbanding lurus dengan nilai % galat relatif. Semakin besar

konsentrasi Na-benzoat yang ditambahkan maka nilai % galat relatif semakin besar juga.

Pengukuran pada contoh A, B, dan C menunjukkan perbedaan % galat relatif. Hal yang sama juga terlihat pada contoh D, E, F; serta contoh G, H, I. Hal ini menunjukkan bahwa konsentrasi K-sorbit berpengaruh terhadap pengukuran simultan kedua senyawa tersebut. Semakin besar kisaran konsentrasi K-sorbit yang ditambahkan maka sensitivitas pengukuran berkurang ditandai dengan kenaikan % galat relatif. Perhitungan konsentrasi kedua senyawa tersebut dapat dilihat pada Lampiran 8.

Menurut Fitriana & Resmi (2009), sampel minuman isotonik mengandung Na-benzoat dan K-sorbit masing-masing sebesar 3.1618 dan 0.9120 mg/L. Hasil uji coba metode HPSAM dengan membandingkan terhadap nilai rujukan di atas, menunjukkan pengukuran konsentrasi Na-benzoat adalah 1.11% yang berarti cukup akurat (%Galat relatif 1-5) dan 1.06% yang berarti teliti (%SBR 1-2), K-sorbit adalah 25.60% yang berarti kurang akurat (%Galat relatif > 5) dan 3.80% yang berarti cukup teliti (%SBR 2-5) pada sampel minuman isotonik.

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.

Tabel 2 Hasil pengukuran analisis kuantitatif simultan Na-benzoat dan K-sorbat dengan HPSAM pada campuran sintetik dengan λ terpilih 212.2 dan 233.4 nm

Konsentrasi teoritis (mg/L)	Konsentrasi ditemukan (mg/L)		% SBR		% Galat relatif	
	Na-benzoat*	K-sorbat*	Na-benzoat	K-sorbat	Na-benzoat	K-sorbat
A						
Na-benzoat: 4 K-sorbat: 1	3.9791	1.0218	1.95	3.09	0.52	2.18
B						
Na-benzoat: 4 K-sorbat: 1.5	3.9369	1.5057	2.08	3.78	1.58	0.38
C						
Na-benzoat: 4 K-sorbat: 2	4.0956	1.9415	3.81	3.31	2.39	2.93
D						
Na-benzoat: 6 K-sorbat: 1	6.0107	1.0528	1.56	2.86	1.07	5.28
E						
Na-benzoat: 6 K-sorbat: 1.5	6.0214	1.5508	1.42	2.71	0.36	3.39
F						
Na-benzoat: 6 K-sorbat: 2	6.0091	2.0662	1.55	4.28	0.15	3.31
G						
Na-benzoat: 8 K-sorbat: 1	7.9140	1.1184	1.27	4.06	1.08	11.84
H						
Na-benzoat: 8 K-sorbat: 1.5	7.9257	1.6449	1.85	3.14	0.93	9.66
I						
Na-benzoat: 8 K-sorbat: 2	7.8760	2.1269	1.01	3.00	1.55	6.34
Sampel						
Na-benzoat [†] : 3.1618 K-sorbat [†] : 0.9120	3.1267	0.6787	1.06	3.80	1.11	25.60

Keterangan: *rerata dari lima kali ulangan
[†]konsentrasi rujukan (Fitriana & Resmi 2009)

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

© Hak cipta milik IPB (Institut Pertanian Bogor)

Bogor Agricultural University

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengurnai dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.

SIMPULAN DAN SARAN

Simpulan

Spektrum serapan Na-benzoat dan K-sorbat mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang masing-masing 224 dan 254.4 nm. Kisaran konsentrasi linear Na-benzoat pada 2-14 mg/L dan K-sorbat pada 1-4 mg/L. Adanya Na-benzoat atau K-sorbat menurunkan sensitivitas pengukuran kedua senyawa tersebut.

Kalium sorbat dipilih sebagai analit dan natrium benzoat sebagai pengganggu karena didapatkan akurasi yang lebih baik. Penentuan simultan konsentrasi natrium benzoat dan kalium sorbat dengan HPSAM menghasilkan pasangan panjang gelombang terpilih pada 212.2 dan 233.4 nm. Natrium benzoat dan kalium sorbat pada beberapa campuran sintetik ditentukan secara simultan pada kisaran masing-masing sebesar 4 mg/L dan 1-1.5 mg/L, dengan presisi dan akurasi yang baik. Uji coba metode ini menghasilkan presisi dan akurasi yang baik untuk penentuan Na-benzoat pada sampel minuman isotonik.

Saran

Penentuan simultan Na-benzoat dan K-sorbat dengan HPSAM perlu dilakukan pada berbagai sampel yang beredar di pasaran untuk memastikan ketangguhan metode ini. Selain itu, metode ini perlu dibandingkan dengan metode referensi.

DAFTAR PUSTAKA

- Abbaspour A, Najafi M, Kamyabi MA. 2004. Quantitative kinetic determination of Sb(IV) and Sb(III) by spectrophotometric H-point standard addition method. *Analytica Chimica Acta* 505: 301-305.
- Abdollahi H, Zeinali S. 2004. Spectrophotometric study of complexation equilibria with H-point standard addition and H-point curve isolation methods. *Talanta* 62: 151-163.
- Abdollahi H, Zolgharnein J, Azimi GH, Jafarifar D. 2003. Simultaneous spectrophotometric determination of iron and vanadium by H-point standard addition method and partial least square regression in micellar medium. *Talanta* 59: 1141-1151.
- Afkhani A, Bahram M. 2004. H-point standard addition method for simultaneous spectrophotometric determination of Co(II) and Ni(II) by 1-(2-pyridylazo)2-naphthol in micellar media. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 60: 181-186.
- Afkhani A, Sarlak N. 2005. Simultaneous Determination of Salicylamide and Paracetamol by Spectrophotometric H-Point Standard Addition Method and Partial Least Squares Regression. *Acta Chimica Slovenica* 52: 98-103.
- Afkhani A, Zarei AR. 2004a. Simultaneous kinetic determination of beryllium and aluminium by spectrophotometric H-point standard addition method. *Analytical Science* 20: 1711-1715.
- Afkhani A, Zarei AR. 2004b. Simultaneous kinetic-spectrophotometric determination of hydrazine and acetylhydrazine in micellar media using the H-point standard addition method. *Analytical Science* 20: 1199-1203.
- [AOAC] The Association of Official Analytical Chemists. 2002. *Single Laboratory Validation of Chemical Methods for Dietary Supplements and Botanicals*. Gaithersburg: AOAC.
- Arvand M, Abolghasemi S, Zanjanchi MA. 2007. Simultaneous Determination of Zinc and Copper(II) with 1-(2-Pyridylazo)2-Naphthol in Micellar Media by Spectrophotometric H-Point Standard Addition Method. *Journal of Analytical Chemistry* 62: 342-347.
- Aulina N. 2007. Metode Standar Adisi Titik-H untuk Analisis Simultan Cr(VI) dan Mo(VI) [Skripsi]. Bogor: Departemen Kimia FMIPA, Institut Pertanian Bogor.
- Bosch-Reig F, Campins-Falco P. 1988. H-point standard additions method. Part 1. Fundamentals and application to analytical spectroscopy. *Analyst* 113: 1011-1016.
- Bosch-Reig F, Campins-Falco P, Verdu-Andres J. 1996. H-Point standard additions method for resolution of overlapping chromatographic peaks with diode array detection by using area measurements determination of phenol and cresols in



waters. *Journal of Chromatography A* 726: 57-66.

[BSN] Badan Standardisasi Nasional. 1995. Peraturan Menteri Kesehatan RI Nomor 722/MenKes/Per/IX/88 tentang Bahan Tambahan Makanan. Jakarta: BSN.

Campins-Falco P, Bosch-Reig F, Verdu-Andres J. 1992. Evaluation and elimination of the "blank bias error" using the H-point standard addition method. *Analytica Chimica Acta* 270: 253-265.

Campins-Falco P, Bosch-Reig F, Molina-Benet A. 1990. Spectrophotometric analysis of mixtures of two components with extensively or completely overlapping spectra by the H-point standard additions method. *Fresenius Journal of Analytical Chemistry* 338: 16-21.

Campins-Falco P, Verdu-Andres J, Bosch-Reig F. 1995. Evaluation and elimination of the blank bias error using the H-point standard additions method (HPSAM) in the simultaneous spectrophotometric determination of two analytes. *Analytica Chimica Acta* 348: 39-49.

[CFNP TAP] Technical Advisory Panel. 2002. *Pottasium Sorbate*. Southwest: CFNP TAP.

Chipley JR. 1983. *Sodium Benzoate and Benzoic Acid in Antimicrobials in Food*. New York: Marcel Dekker.

Costa ACO, Perfeito LS, Tavares MFM, Micke GA. 2008. Determination of sorbate and benzoate in beverage samples by capillary electrophoresis-Optimization of the method with inspection of ionic mobilities. *Journal of Chromatography A* 1204: 123-127.

Fennema OR. 1996. *Food Chemistry*. Ed ke-3. New York: Marcel Dekker.

Fitriana L, Resmi S. 2009. Analisis Kandungan Bahan Pengawet dalam Produk-Produk Minuman Kemasan yang Ada di Pasaran untuk Menjaga Keamanan Pangan Masyarakat [Skripsi]. Semarang: Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro.

Hajimahmoodi M, Oveisi MR, Sadeghi N, Jannat B, Nilfroush E. 2008. Simultaneous Determination of Carmoisine and Ponceau 4R. *Food Analytical Methods* 1: 214-219.

Harvey D. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. New York: McGraw-Hill.

Huber L. 2007. *Validation and Qualification in Analytical Laboratories*. Ed ke-2. New York: Informa Healthcare USA.

Khopkar SM. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Ed ke-1. Saptorahardjo A, penerjemah; Nurhadi A, pendamping. Jakarta: UI-Press. Terjemahan dari: *Basic Concepts of Analytical Chemistry*.

Lopez M, Martinez S, Ganzelaez J, martin R, bernado A. 1998. Sensitization of thermally injure spores of *Bacillus stearothermophilus* to sodium benzoate and pottasium sorbate. *Letter Applied Microbiology* 27: 331-335.

Mihyar Gf, Yamani MI, Al-Sa'ed AK. 1997. Resistance of Yeast Flora of Labanch to Pottasium Sorbate and Sodium Benzoate. *Journal of Dairy Science* 80: 2304-2309.

Muchtadi TR. 2008. *Teknologi Proses Pengolahan Pangan*. Bogor: Penerbit Institut Pertanian Bogor.

Ötles S. 2005. *Methods of Analysis of Food Components and Additives*. New York: Taylor & Francis.

Pavia DL, Lampman GM, Kriz GS, Vyvyan JR. 2009. *Introduction to Spectroscopy*. Ed ke-4. Canada: Brooks/Cole, Thomson Learning.

Pylypiw HM, Grether MT. 2000. Rapid high performance liquid chromatography method for the analysis of sodium benzoate and pottasium sorbate in foods. *Journal of Chromatography A* 883: 299-304.

Rafi M. 2009. Potensi Metode Penambahan Standar Titik-H untuk Penentuan Simultan Kromium(III) dan Kromium(VI) [Tesis]. Bogor: Departemen Kimia FMIPA, Institut Pertanian Bogor.

Safavi A, Nezhad MRH. 2004. Simultaneous spectrophotometric determination of iron

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:

a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.

2. Dilarang memurnikan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



and copper with chromogenic mixed reagents by partial least square and H-point standard addition methods. *Canadian Journal of Analytical Science Spectroscopy* 49: 210-217.

Safavi A, Towhidi F, Abdollahi H. 2004. Simultaneous Kinetic Determination of V(IV) and Fe(II) by H-point Standard Addition Method. *Canadian Journal of Analytical Science and Spectroscopy* 49: 309-313.

Saragih MA. 2007. Kombinasi Metode Spektrofotometri dan Kalibrasi Multivariat untuk Penentuan Simultan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat [Skripsi]. Bogor: Departemen Kimia FMIPA, Institut Pertanian Bogor.

Septaningsih DA. 2008. Penentuan Simultan Natrium Benzoat dan Kalium Sorbat menggunakan Spektrofotometri UV dengan Pendekatan Kalibrasi Multivariat

[Skripsi]. Bogor: Departemen Kimia FMIPA, Institut Pertanian Bogor.

Skoog DA, West DM, Holler FJ, Crouch SR. 2004. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. Ed ke-8. Philadelphia: Thomson Learning, Inc.

Sudjadi. 1985. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Bandung: Ghalia Indonesia.

Tavallali H, Sheikhaei M. 2009. Simultaneous kinetic determination of paracetamol and caffeine by H-point standard addition method. *Journal of Pure and Applied Chemistry* 3: 011-019.

Tfouni SAV, Toledo MCF. 2002. Determination of benzoic and sorbic acids in Brazilian food. *Food Control* 13 : 117-123.

Watson DH. 2002. *Food Chemical Safety*. Vol ke-2. Cambridge: Woodhead Publishing Limited.



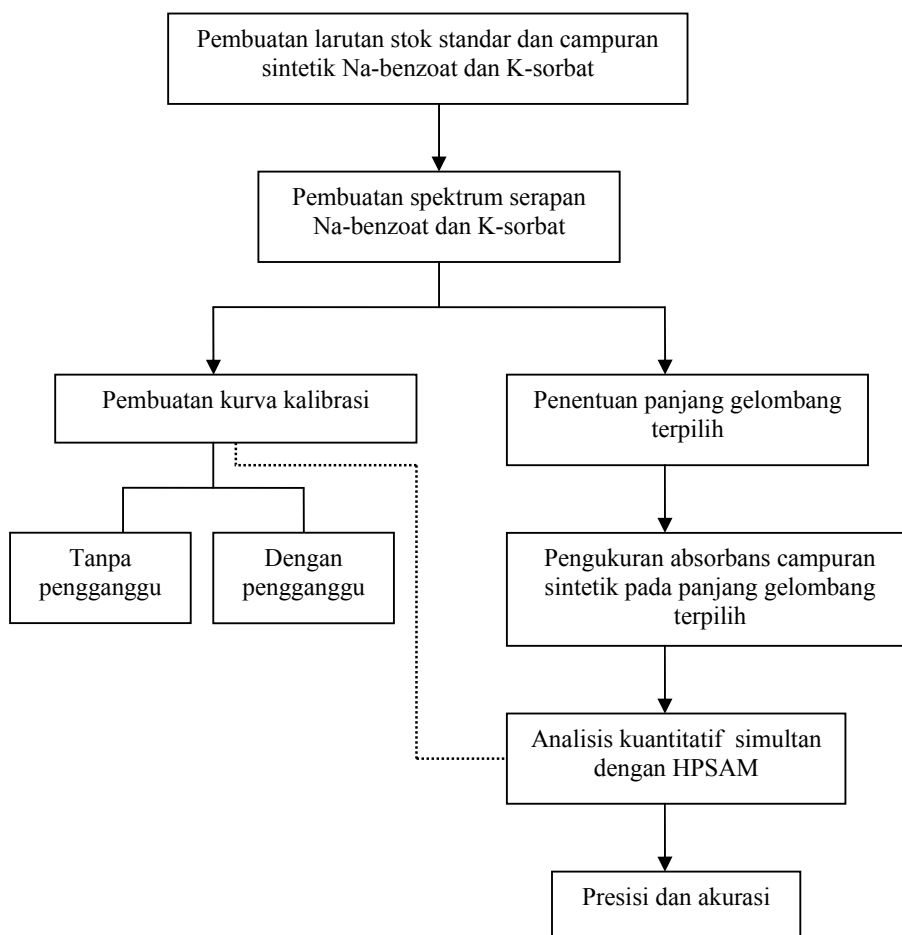
LAMPIRAN

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.

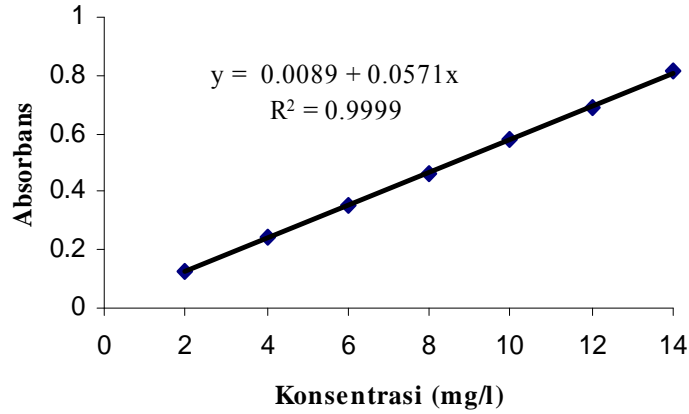


Lampiran 1 Bagan alir penelitian

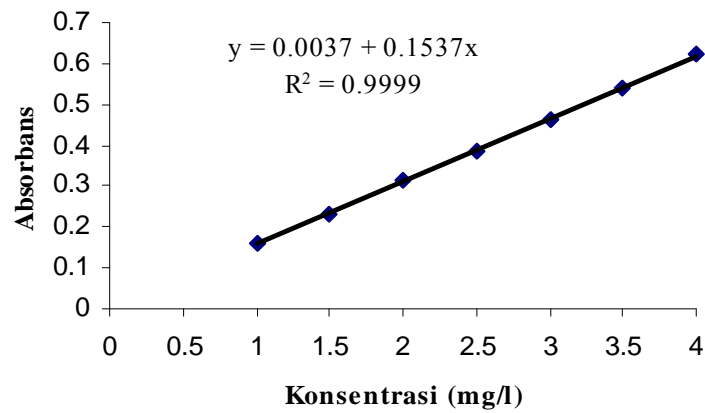




Lampiran 2 Kurva kalibrasi individu Na-benzoat pada 224 nm (a) dan K-sorbat pada 254.4 nm (b)



(a)



(b)



Lampiran 3 Serapan K-sorbit tanpa pengaruh Na-benzoat dan dengan pengaruh Na-benzoat pada panjang gelombang 254.4 nm

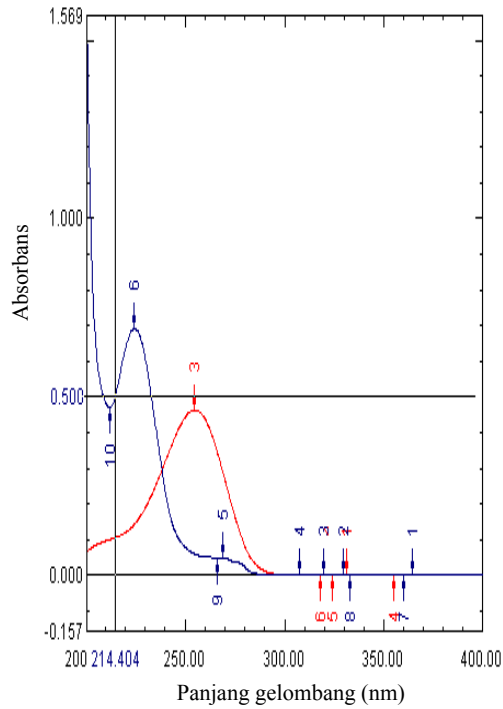
No.	Konsentrasi (mg/L)	Absorbans			
		Tanpa pengaruh Na-benzoat	Pengaruh Na-benzoat 4 mg/L	Pengaruh Na-benzoat 6 mg/L	Pengaruh Na-benzoat 8 mg/L
1	1.0	0.159	0.188	0.194	0.202
2	1.5	0.233	0.265	0.276	0.287
3	2.0	0.312	0.348	0.359	0.366
4	2.5	0.387	0.424	0.437	0.446
5	3.0	0.463	0.505	0.518	0.517
6	3.5	0.542	0.581	0.594	0.594
7	4.0	0.620	0.659	0.672	0.673

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

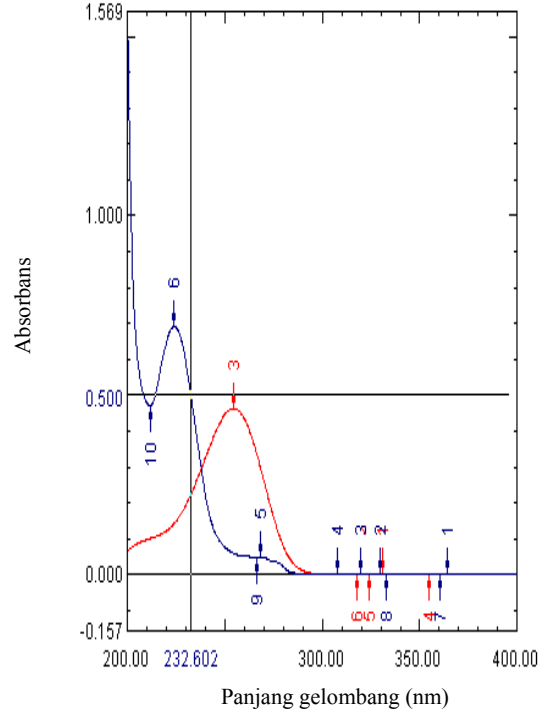
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumpulkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.

Lampiran 4 Spektrum serapan untuk Na-benzoat (—) dan K-sorbat (—) pada pasangan λ terpilih

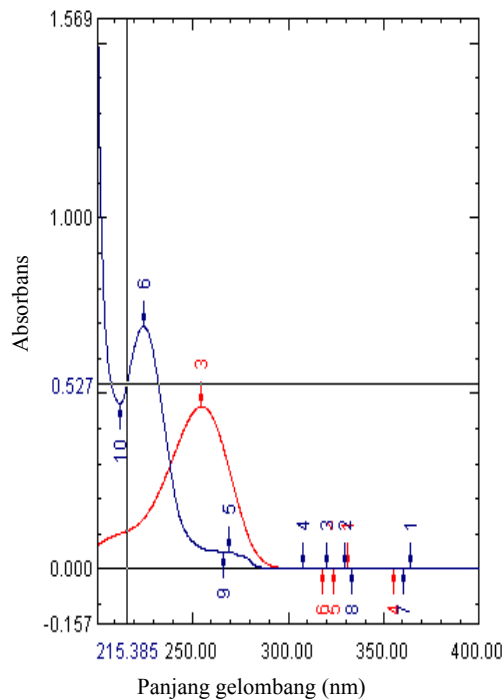
214.4 nm



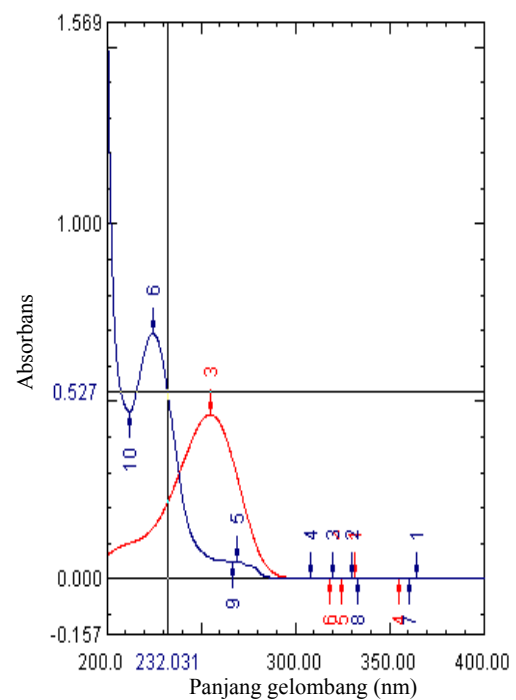
232.6 nm



215.4 nm



232 nm



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

© Hak cipta milik IPB (Institut Pertanian Bogor)

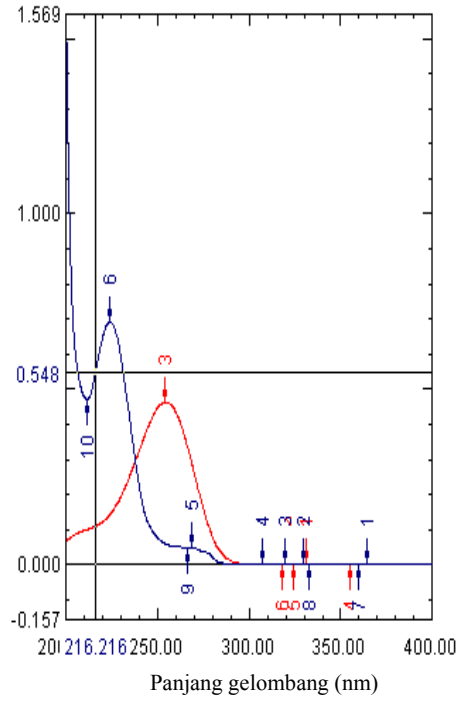
Bogor Agricultural University

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkannya dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.

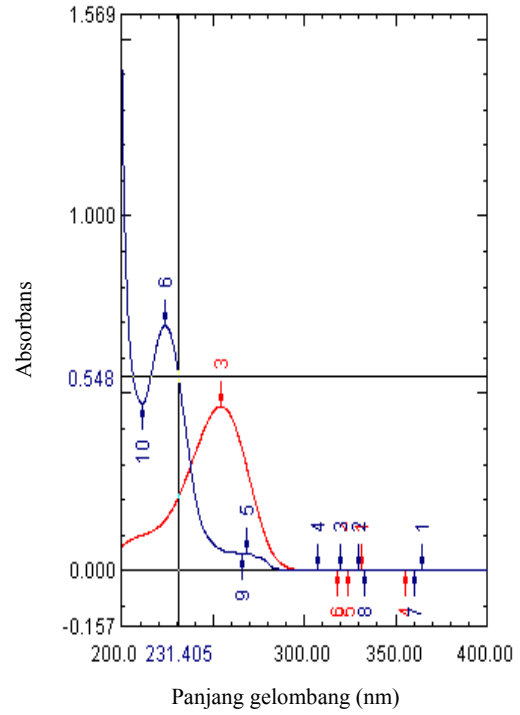


Lanjutan

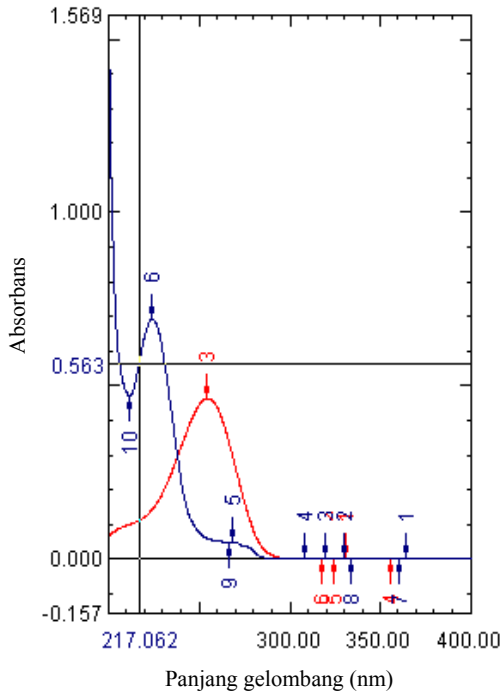
216.2 nm



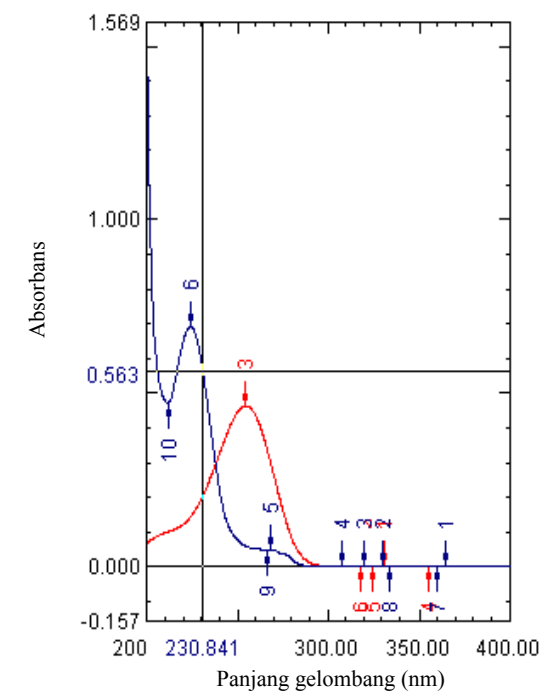
231.4 nm



217 nm



230.8 nm



Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



Lampiran 5 Persentase galat dalam menentukan konsentrasi K-sorbat dengan pengaruh Na-benzoat pada beberapa pasangan λ terpilih

Konsentrasi teoritis (mg/L)	λ_1 (nm)	λ_2 (nm)	ΔM	[K-sorbat] (mg/L)	%Galat relatif
	212.2	233.4	0.0429	1.0218	2.18
A	214.4	232.6	0.0386	1.0126	1.26
Na-benzoat: 4	215.4	232	0.0354	1.0124	1.24
K-sorbat: 1	216.2	231.4	0.0328	0.9948	-0.50
	217	230.8	0.0299	0.9821	-1.80
	212.2	233.4	0.0432	1.5057	0.38
B	214.4	232.6	0.0388	1.4958	-0.28
Na-benzoat: 4	215.4	232	0.0356	1.4918	-0.55
K-sorbat: 1.5	216.2	231.4	0.033	1.4734	-1.78
	217	230.8	0.0301	1.4656	-2.30
	212.2	233.4	0.0440	1.9415	-2.93
C	214.4	232.6	0.0396	1.9237	-3.82
Na-benzoat: 4	215.4	232	0.0365	1.9124	-4.38
K-sorbat: 2	216.2	231.4	0.0338	1.8929	-5.35
	217	230.8	0.0309	1.8799	-6.00
	212.2	233.4	0.0456	1.0528	5.28
D	214.4	232.6	0.0408	1.0625	6.25
Na-benzoat: 6	215.4	232	0.0374	1.0621	6.21
K-sorbat: 1	216.2	231.4	0.0344	1.0591	5.91
	217	230.8	0.0311	1.0730	7.30
	212.2	233.4	0.0456	1.5508	3.39
E	214.4	232.6	0.0408	1.5608	4.05
Na-benzoat: 6	215.4	232	0.0375	1.5572	3.82
K-sorbat: 1.5	216.2	231.4	0.0343	1.5634	4.23
	217	230.8	0.0309	1.5883	5.89
	212.2	233.4	0.0455	2.0662	3.31
F	214.4	232.6	0.0408	2.0661	3.30
Na-benzoat: 6	215.4	232	0.0374	2.0678	3.39
K-sorbat: 2	216.2	231.4	0.0343	2.0678	3.39
	217	230.8	0.0309	2.0924	4.62
	212.2	233.4	0.0424	1.1184	11.84
G	214.4	232.6	0.0378	1.1201	12.01
Na-benzoat: 8	215.4	232	0.0346	1.1237	12.37
K-sorbat: 1	216.2	231.4	0.0317	1.1217	12.17
	217	230.8	0.0288	1.1103	11.03
	212.2	233.4	0.0421	1.6449	9.66
H	214.4	232.6	0.0375	1.6443	9.62
Na-benzoat: 8	215.4	232	0.0345	1.6327	8.85
K-sorbat: 1.5	216.2	231.4	0.0315	1.6432	9.55
	217	230.8	0.0286	1.6343	8.96
	212.2	233.4	0.0423	2.1269	6.34
I	214.4	232.6	0.0377	2.1303	6.51
Na-benzoat: 8	215.4	232	0.0347	2.1135	5.67
K-sorbat: 2	216.2	231.4	0.0317	2.1218	6.09
	217	230.8	0.0288	2.1151	5.75

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

© Hak cipta milik IPB (Institut Pertanian Bogor)

Bogor Agricultural University

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



Lampiran 6 Persamaan garis linear campuran sintetik pada λ terpilih

Contoh A: Na-benzoat 4 mg/L dan K-sorbat 1 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat]	[K-sorbat]
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²	(mg/L)	(mg/L)
1	0.2017	0.0374	0.9971	0.2451	0.0805	0.9998	4.0473	1.0070
2	0.1986	0.0371	0.9897	0.2423	0.0792	0.9986	3.9458	1.0380
3	0.1996	0.0371	0.9881	0.2448	0.0794	0.9978	3.9423	1.0686
4	0.1962	0.0381	0.9895	0.2400	0.0816	0.9970	3.8878	1.0069
5	0.1999	0.0353	0.9790	0.2431	0.0790	0.9952	4.0721	0.9886

Contoh B: Na-benzoat 4 mg/L dan K-sorbat 1.5 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat]	[K-sorbat]
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²	(mg/L)	(mg/L)
1	0.2196	0.0379	0.9960	0.2848	0.0809	0.9997	3.9983	1.5163
2	0.2189	0.0361	0.9848	0.2835	0.0783	0.9981	4.0370	1.5308
3	0.2179	0.0373	0.9813	0.2844	0.0794	0.9965	3.9173	1.5796
4	0.2134	0.0393	0.9864	0.2781	0.0833	0.9964	3.8306	1.4705
5	0.2129	0.0381	0.9854	0.2766	0.0826	0.9980	3.9013	1.4315

Contoh C: Na-benzoat 4 mg/L dan K-sorbat 2 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat]	[K-sorbat]
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²	(mg/L)	(mg/L)
1	0.2406	0.0364	0.9965	0.3266	0.0798	0.9998	4.1612	1.9816
2	0.2392	0.0344	0.9766	0.3246	0.0768	0.9975	4.1983	2.0142
3	0.2364	0.0374	0.9679	0.3220	0.0810	0.9949	4.0199	1.9633
4	0.2318	0.0402	0.9787	0.3166	0.0856	0.9957	3.8589	1.8678
5	0.2366	0.0346	0.9927	0.3216	0.0798	0.9991	4.2399	1.8805

Contoh D: Na-benzoat 6 mg/L dan K-sorbat 1 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat]	[K-sorbat]
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²	(mg/L)	(mg/L)
1	0.2779	0.0371	0.9997	0.3245	0.0801	0.9999	5.9407	1.0837
2	0.2865	0.0378	0.9995	0.3346	0.0836	0.9993	6.1749	1.0502
3	0.2812	0.0409	0.9939	0.3289	0.0880	0.9974	5.9943	1.0127
4	0.2806	0.0401	0.9992	0.3288	0.0866	0.9999	5.9752	1.0366
5	0.2805	0.0386	0.9982	0.3300	0.0844	0.9996	5.9687	1.0808

Contoh E: Na-benzoat 6 mg/L dan K-sorbat 1.5 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat]	[K-sorbat]
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²	(mg/L)	(mg/L)
1	0.2970	0.0368	0.9998	0.3649	0.0799	0.9998	5.9749	1.5754
2	0.3050	0.0380	0.9994	0.3762	0.0837	0.9989	6.1490	1.5580
3	0.3018	0.0409	0.9903	0.3728	0.0881	0.9959	6.0071	1.5042
4	0.3018	0.0395	0.9995	0.3726	0.0863	0.9998	6.0525	1.5128
5	0.2994	0.0389	0.9972	0.3722	0.0843	0.9994	5.9235	1.6035

1. Diarangi mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengurnai dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



Lanjutan

Contoh F: Na-benzoat 6 mg/L dan K-sorbat 2 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat] (mg/L)	[K-sorbat] (mg/L)
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²		
1	0.3154	0.0368	0.9996	0.4056	0.0794	0.9998	5.9352	2.1174
2	0.3248	0.0374	0.9995	0.4198	0.0824	0.9987	6.1502	2.1111
3	0.3212	0.0416	0.9844	0.4142	0.0900	0.9943	6.0325	1.9215
4	0.3214	0.0396	0.9991	0.4162	0.0860	0.9997	6.0127	2.0431
5	0.3192	0.0386	0.9952	0.4154	0.0836	0.9991	5.9147	2.1378

Contoh G: Na-benzoat 8 mg/L dan K-sorbat 1 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat] (mg/L)	[K-sorbat] (mg/L)
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²		
1	0.3587	0.0351	0.9995	0.4054	0.0774	0.9994	8.0552	1.1040
2	0.3550	0.0383	0.9966	0.4020	0.0809	0.9985	7.8700	1.1033
3	0.3516	0.0386	0.9891	0.3976	0.0821	0.9917	7.8196	1.0575
4	0.3577	0.0348	0.9860	0.4065	0.0766	0.9956	7.9813	1.1675
5	0.3552	0.0375	0.9972	0.4039	0.0795	0.9993	7.8436	1.1595

Contoh H: Na-benzoat 8 mg/L dan K-sorbat 1.5 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat] (mg/L)	[K-sorbat] (mg/L)
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²		
1	0.3768	0.0349	0.9993	0.4458	0.0765	0.9994	8.0286	1.6587
2	0.3735	0.0387	0.9949	0.4418	0.0813	0.9976	7.8368	1.6033
3	0.3713	0.0384	0.9826	0.4397	0.0814	0.9868	7.8051	1.5907
4	0.3789	0.0325	0.9871	0.4498	0.0737	0.9968	8.1329	1.7209
5	0.3734	0.0378	0.9958	0.4429	0.0799	0.9989	7.8252	1.6508

Contoh I: Na-benzoat 8 mg/L dan K-sorbat 2 mg/L

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat] (mg/L)	[K-sorbat] (mg/L)
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²		
1	0.3940	0.0350	0.9989	0.4846	0.0760	0.9991	7.9707	2.2098
2	0.3924	0.0390	0.9915	0.4814	0.0820	0.9961	7.8426	2.0698
3	0.3900	0.0388	0.9708	0.4794	0.0822	0.9777	7.8014	2.0599
4	0.3918	0.0350	0.9921	0.4824	0.0768	0.9987	7.9522	2.1675
5	0.3918	0.0382	0.9930	0.4820	0.0806	0.9983	7.8132	2.1274

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



Lampiran 7 Persamaan garis linear sampel minuman isotonik pada λ terpilih

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat]	[K-sorbat]
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²	(mg/L)	(mg/L)
1	0.1420	0.0201	0.9715	0.1629	0.0516	0.9976	3.1379	0.6635
2	0.1414	0.0203	0.9606	0.1631	0.0511	0.9973	3.0976	0.7045
3	0.1421	0.0199	0.9637	0.1631	0.0514	0.9977	3.1422	0.6667
4	0.1424	0.0193	0.9645	0.1631	0.0511	0.9973	3.1680	0.6509
5	0.1413	0.0206	0.9675	0.1631	0.0514	0.9977	3.0879	0.7078

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

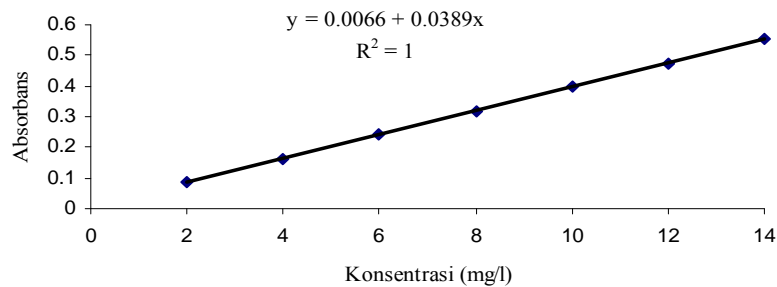
1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



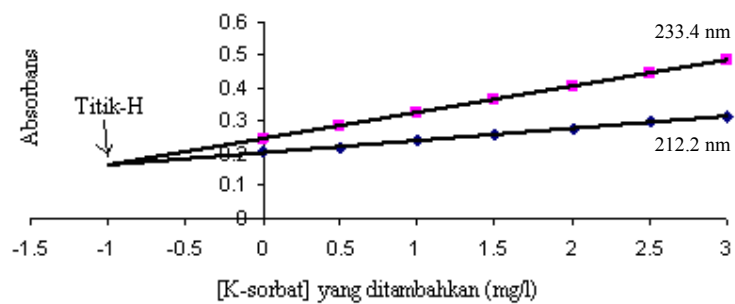
Lampiran 8 Penentuan campuran Na-benzoat 4 mg/L dan K-sorbat 1 mg/L pada λ terpilih

Persamaan garis penentuan titik-H

Ulangan	212.2 nm			233.4 nm			[Na-benzoat]	[K-sorbat]
	Intersep	M	R ²	Intersep	M	R ²	(mg/L)	(mg/L)
1	0.2017	0.0374	0.9971	0.2451	0.0805	0.9998	4.0473	1.0070
2	0.1986	0.0371	0.9897	0.2423	0.0792	0.9986	3.9458	1.0380
3	0.1996	0.0371	0.9881	0.2448	0.0794	0.9978	3.9423	1.0686
4	0.1962	0.0381	0.9895	0.2400	0.0816	0.9970	3.8878	1.0069
5	0.1999	0.0353	0.9790	0.2431	0.0790	0.9952	4.0721	0.9886
							Rerata = 3.9791	1.0218
							% SBR = 1.95	3.09
							% Galat relatif = 0.52	2.18



Kurva kalibrasi individu Na-benzoat pada 233.4 nm



Plot HPSAM ulangan 5

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

© Hak cipta milik IPB (Institut Pertanian Bogor)

Bogor Agricultural University

1. Diarangi mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.



Lanjutan

Contoh perhitungan pada ulangan 5:

Jika persamaan $y_1 = A_{(\lambda_1)}$ dan $y_2 = A_{(\lambda_2)}$, maka

$$A_{(\lambda_1)} = b_0 + b + M_{\lambda_1} \cdot C_i$$

$$A_{(\lambda_2)} = A_0 + A' + M_{\lambda_2} \cdot C_i$$

Pada titik-H, $A_{(\lambda_1)} = A_{(\lambda_2)}$ dan $C_i = -C_H$

Nilai b (pada λ_1 dan λ_2) tidak berubah dengan adanya adisi dari analit, maka $b = A'$

$$b_0 + M_{\lambda_1}(-C_H) = A_0 + M_{\lambda_2}(-C_H)$$

$$-C_H = \frac{(A_0 - b_0)}{(M_{\lambda_1} - M_{\lambda_2})}$$

$$A_{(\lambda_1)} = 0.2431 + 0.0790x$$

$$A_{(\lambda_2)} = 0.1999 + 0.0353x$$

$$-C_H = \frac{0.1999 - 0.2431}{0.0790 - 0.0353}$$

$$= \frac{-0.0432}{0.0437}$$

$$= -0.9886 = \text{absis pada titik-H}$$

$C_H = \text{konsentrasi K-sorbat} = 0.9886 \text{ mg/L}$

Ordinat pada titik-H merupakan A_H

$$A_{(\lambda_1)} = b_0 + b + M_{\lambda_1} \cdot (-C_H)$$

$$b_0 = M_{\lambda_1} \cdot (C_H)$$

$$A_{(\lambda_1)} = 0.2431 + 0.0790x$$

\downarrow
 $b_0 + b$

\downarrow
 M_{λ_1}

\downarrow
 C_H

$$b = 0.2431 - b_0$$

$$= 0.2431 - M_{\lambda_1} \cdot (C_H)$$

$$= 0.2431 - 0.0790 (0.9886)$$

$$= 0.1650 \longrightarrow \text{nilai ini disubstitusi ke kurva kalibrasi standar Na-benzoat pada 233.4 nm}$$

$$y = 0.0066 + 0.0389x$$

$$0.1650 = 0.0066 + 0.0389x$$

$$0.1584 = 0.0389x$$

$$x = 4.0721$$

$x = \text{konsentrasi Na-benzoat} = 4.0721 \text{ mg/L}$

$$\text{Simpangan baku relatif (\%SBR)} = \frac{SB}{x} \cdot 100 = \frac{0.0776}{3.9791} \cdot x \cdot 100 = 1.95 \%$$

$$\% \text{ Galat relatif} = \left| \frac{a - b}{b} \right| \times 100 = \left| \frac{3.9791 - 4}{4} \right| \times 100 = 0.52 \%$$

Hak Cipta Dilindungi Undang-Undang

© Hak cipta milik IPB (Institut Pertanian Bogor)

Bogor Agricultural University

1. Dilarang mengutip sebagian atau seluruh karya tulis ini tanpa mencantumkan dan menyebutkan sumber:
 - a. Pengutipan hanya untuk kepentingan pendidikan, penelitian, penulisan karya ilmiah, penyusunan laporan, penulisan kritik atau tinjauan suatu masalah.
 - b. Pengutipan tidak merugikan kepentingan yang wajar IPB.
2. Dilarang mengumunkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh karya tulis ini dalam bentuk apapun tanpa izin IPB.