

LAMPIRAN

Lampiran 1. Diagram prosedur Kerja

1. Uji Pengendapan Natrium Siklamat

1. Pembuatan pembanding

Ditimbang 0,01 gram natrium siklamat masukkan ke dalam beaker glass lalu larutkan dengan akuades

Masukkan ke dalam labu ukur aduk ad homogen

Dipipet 10 mL pembanding Ditambahkan 10 mL larutan HCl 10% dan 10 mL larutan BaCl₂ 10% biarkan selama 30 menit

Ditambahkan 10 mL larutan NaNO₂ 10% lalu dipanaskan di atas penangas air selama 15 menit.

Bila timbul endapan putih berarti larutan mengandung natrium siklamat.

2. Pembuatan sampel

Pipet 10 mL sampel masukkan ke dalam erlenmeyer, kemudian tambahkan 10 mL larutan

Tambahkan 10 mL larutan BaCl₂ 10%, biarkan selama 30 menit

Tambahkan 0,002 gram norit lalu saring dengan kertas Whatman 42

Tambahkan 10 mL NaNO₂ 10%, panaskan diatas penangas air selama 15 menit.

Bila timbul endapan putih berarti sampel mengandung natrium siklamat

2. Pengujian sampel secara Kuantitatif Spektrofotometri UV-VIS

a. Pembuatan larutan standar dan Kurva Kalibra

Menimbang 50 mg siklamat, dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL akuades.

Pengenceran, konsentrasi larutan menjadi 20, 40, 80, 120 dan 160 ppm

dengan mengambil 1 mL untuk 20 ppm, 2 mL untuk 40 ppm, 4 mL untuk 80 ppm, 6 mL untuk 120 ppm, dan 8 mL untuk 160 ppm.

Masing-masing larutan dipindahkan ke dalam corong pisah pertama,

Tambah dengan 1 mL NaOH 10 N, 5 mL sikloheksana lalu dikocok selama 1 menit.

Lapisan air dipisahkan dan dimasukkan ke dalam corong pisah kedua

Tambahkan dengan 2,5 mL H₂SO₄ 30 %, 5 mL sikloheksana, dan 5 mL larutan NaOCl, dikocok selama 2

Lapisan sikloheksana (lapisan atas) akan berwarna kuning kehijauan, bila tidak tambahkan lagi larutan NaOCl ± 5 mL

Lapisan air dibuang. Kemudian lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 mL NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit



lapisan bawah dibuang, lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 mL air, diambil lapisan sikloheksana dan lapisan

- b. Uji Kuantitatif Kadar Siklamat dengan UV-Vis pada sampel (SNI 01-6993-2004)

Dipipet sampel sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam corong pisah pertama



tambah dengan 2,5 mL H₂SO₄ pekat dan didinginkan.



Setelah dingin ditambah dengan 50 mL etil asetat dikocok selama 2 menit



Diambil ± 40 mL bagian yang jernih masukkan ke dalam corong pisah kedua diekstraksi dengan 15 mL air yang dilakukan dengan 3 kali pengulangan masukkan ke dalam corong pisah ke-tiga



Tambah 1 mL NaOH 10 N dan 5 mL sikloheksana, dikocok satu menit. Lapisan atas dibuang,



Lapisan air dimasukkan ke dalam corong pisah keempat ditambahkan 2,5 mL H₂SO₄ 30 %,



Lapisan sikloheksana (lapisan atas) akan warna kuning kehijauan, bila tidak tambah lagi larutan NaOCl ± 5 mL.



Lapisan air dibuang kemudian lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 mL NaOH 0,5 N dan dikocok selama 1 menit

lapisan bawah dibuang, lapisan sikloheksana dikocok dengan 25 mL air, ambil lapisan sikloheksana dan lapisan air dibuang

c. Larutan Blanko

Dipipet air sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam corong pisah pertama,

Tambah dengan 2,5 mL H₂SO₄ pekat dan 35 didinginkan.

Setelah dingin tambah dengan 50 mL etil asetat dikocok 2 menit diambil ± 40 mL bagian yang jernih.

Masukkan ke dalam corong pisah kedua, diekstraksi dengan 15 mL air yang dilakukan dengan 3 kali pengulangan.

kumpulkan lapisan air dan masukkan ke dalam corong pisah ke-tiga, tambah 1 mL NaOH 10 N dan 5 mL sikloheksana, dikocok selama satu menit. Lapisan atas dibuang

Lapisan air dimasukkan ke dalam corong pisah keempat ditambahkan 2,5 mL H₂SO₄ 30 %,

Tambahkan 5 mL sikloheksana, dan 5 mL larutan NaOCl pa, dikocok selama 2 menit.

Lapisan sikloheksana (lapisan atas) berwarna kuning kehijauan, bila tidak tambahkan lagi larutan NaOCl ± 5 mL.

Lapisan air dibuan, lapisan sikloheksana dicuci dengan 25 mL NaOH 0,5 N dikocok 1 menit dan lapisan bawah dibuang

dikocok dan dipisahkan dan diambil larutan lapisan bagian atas yang digunakan sebagai blanko



kemudian lapisan atas (sikloheksana) dicuci dengan 25 mL akuades



Lampiran 2. Perhitungan pengenceran

A. Pengenceran pada analisis kualitatif pengendapan

1. HCL 10%

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$10\% \cdot 200 = 37\% \cdot V_2$$

$$V_2 = 200 \cdot 27\%$$

$$V_2 = 27\text{ml}$$

Ambil HCl pekat 27 ml kemudian dilarutkan hingga 100 ml untuk mendapatkan HCL 10% sebanyak 100 ml.

2. BaCl 10%

$$10\% = \frac{\text{Zat terlarut}}{\text{v.larutan}} \times 100\%$$

$$10\% = \frac{\text{massa. BaCl}_2}{100\text{ml}} \times 100\%$$

$$1000 = \text{massa BaCl}_2 \times 100$$

$$\frac{1000}{100} = \text{massa. BaCl}_2$$

$$\text{Massa BaCl}_2 = 10 \text{ gram}$$

Timbang BaCl₂ sebanyak 10 gram kemudian dilarutkan hingga 100ml untuk mendapatkan BaCl₂ 10% sebanyak 100ml.

3. NaNo₂ 10%

$$10\% = \frac{\text{Zat terlarut}}{\text{v.larutan}} \times 100\%$$

$$10\% = \frac{\text{massa NaNO}_2}{100\text{ml}} \times 100\%$$

$$\frac{1000}{100} = \text{massa NaNO}_2$$

Massa NaNO₂ = 10gr.

Timbang NaNO₂ sebanyak 10 gram kemudian dilarutkan hingga 100ml untuk mendapatkan NaNO₂ 10% sebanyak 100ml.

B. Pengenceran pada analisis kuantitatif Spektrofotometri

UV-VIS

1. H₂SO₄ 30%

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$30\% \cdot 25 \text{ ml} = 98\% \cdot V_2$$

$$V_2 = 25 \text{ ml} \cdot 68 \%$$

$$V_2 = 17 \text{ ml}$$

Ambil H₂SO₄ pekat 17 ml kemudian dilarutkan hingga 25 ml untuk mendapatkan HCL 10% sebanyak 25ml.

2. NaOH 0,5 N (BM = 40 gr/mol) (valensi +1)

$$N = (\text{Gr} \times \text{valensi}) / (\text{mr} \times \text{vol dalam liter})$$

$$0,5 = (\text{gr} \times 1) / (40 \times 0,25)$$

$$\text{Gr} = 10 \times 0,5$$

$$= 5 \text{ gram}$$

Timbang NaOH sebanyak 5 gram kemudian larutan hingga untuk mendapatkan NaOH sebanyak 250 ml.

3. NaOH 10 N (BM = 40 gr/mol) (valensi +1)

$$N = (\text{Gr} \times \text{valensi}) / (\text{mr} \times \text{vol})$$

$$0,5 = (\text{gr} \times 1) / (40 \times 0,01)$$

$$\text{Gr} = 10 \times 0,4$$

$$= 4 \text{ gram}$$

Timbang NaOH sebanyak 4 gram kemudian larutkan 10 ml untuk mendapatkan NaOH 10N sebanyak 10ml.



Lampiran 3. Larutan standart

1. 20 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$V_1 = \frac{50ml \cdot 20ppm}{100 ppm}$$

$$= \frac{1000 ppm}{1000 ppm}$$

$$= 1ml$$

2. 40 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$V_1 = \frac{50ml \cdot 40ppm}{100 ppm}$$

$$= \frac{2000ppm}{1000 ppm}$$

$$= 2ml$$

3. 80 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$V_1 = \frac{50ml \cdot 80ppm}{100 ppm}$$

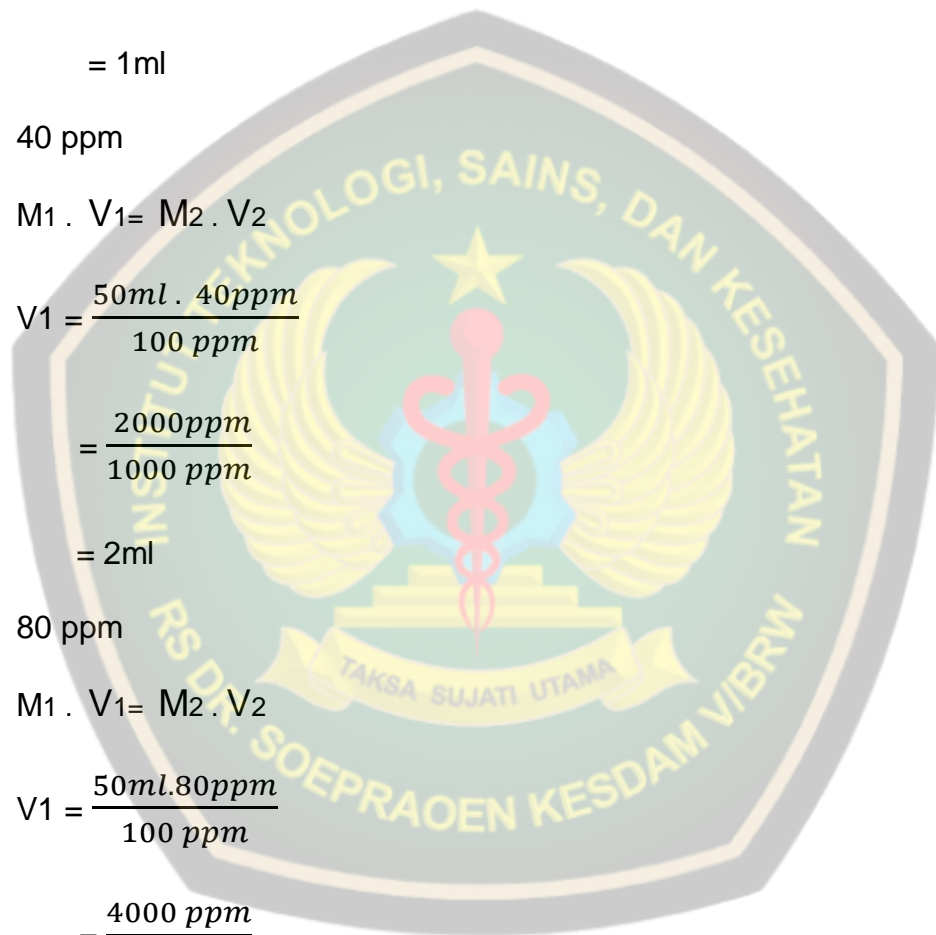
$$= \frac{4000 ppm}{1000 ppm}$$

$$= 4mL$$

4. 120 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$V_1 = \frac{50ml \cdot 120ppm}{100 ppm}$$



$$= \frac{6000 \text{ ppm}}{100 \text{ ppm}}$$

$$= 6 \text{ ml}$$

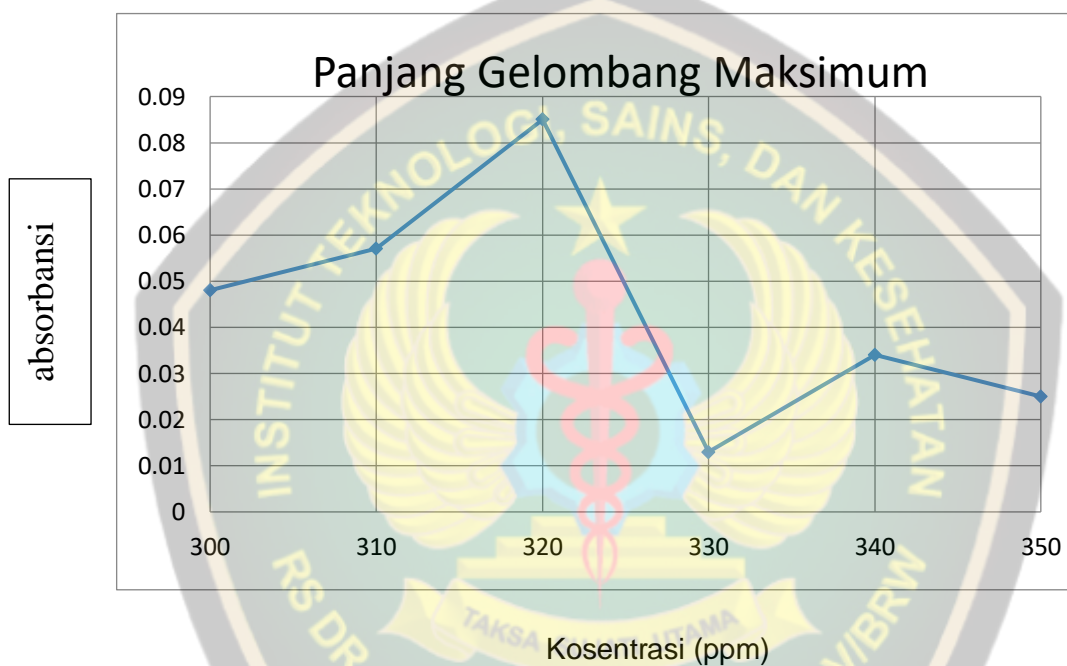
5. 160 ppm

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$



Lampiran 4. Penentuan panjang gelombang

Panjang Gelombang	Absorbansi
300	0,048
310	0,057
320	0,085
330	0,013
340	0,034
350	0,025



Lampiran 5. Perhitungan kadar natrium siklamat

1. Sampel 1.

Sampel yang di pipet = 50ml

Absorbansi = 0,796

Persamaan regresi = $y : 0,008x + 0,0775$

$$\text{Kadar Natrium (X)} = \frac{0,796 - 0,0775}{0,0008}$$

$$X = 898,123 \text{ ppm (0,898 mg/L)}$$

$$\% V/V = 0,898 \text{ mg/L} \times \frac{50}{1000} \text{ mg/L} \times 100 \%$$

$$X = 4,49\%$$

2. Sampel 2

Sampel yang di pipet = 50ml

Absorbansi = 0,294

Persamaan regresi = $y : 0,008x + 0,0775$

$$\text{Kadar Natrium (X)} = \frac{0,294 - 0,0775}{0,0008}$$

$$X = 270,625 \text{ ppm (0,275 mg/L)}$$

$$\% V/V = 0,275 \text{ mg/L} \times \frac{50}{1000} \text{ mg/L} \times 100 \%$$

$$X = 1,375\%$$

3. Sampel 3

Sampel yang di pipet = 50ml

Absorbansi = 0,324

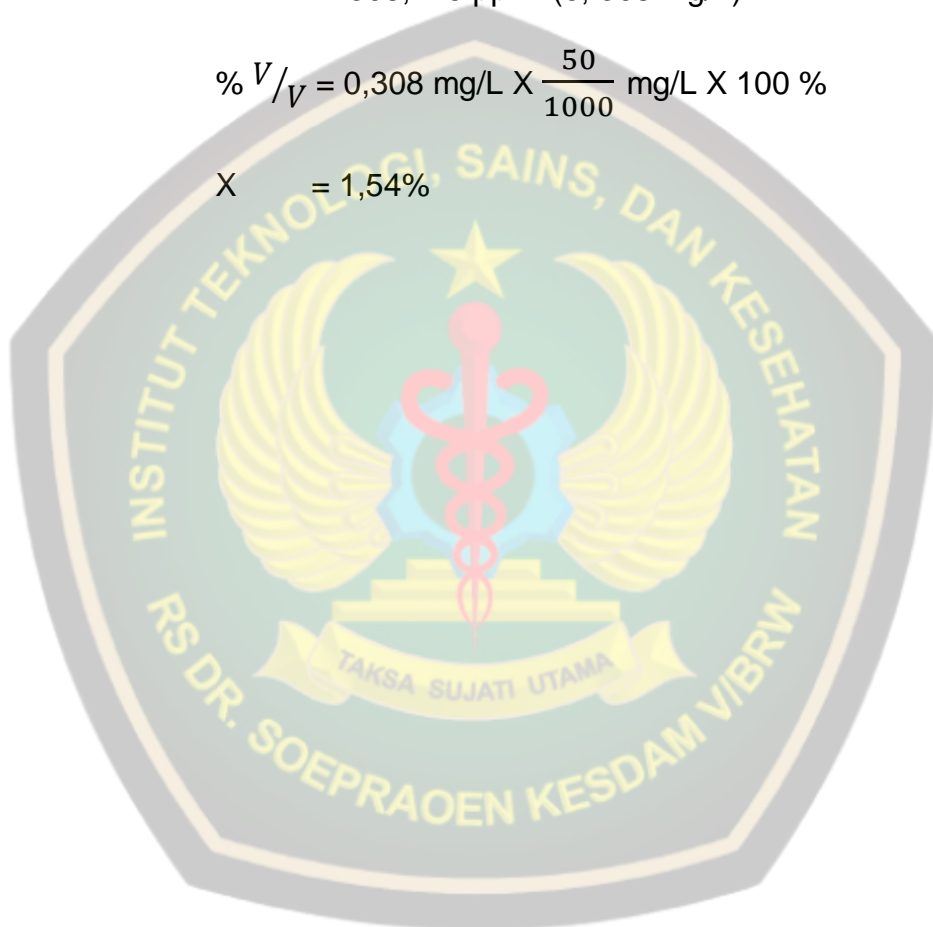
Persamaan regresi = $y : 0,008x + 0,0775$

$$\text{Kadar Natrium (X)} = \frac{0,324 - 0,0775}{0,0008}$$

$$X = 308,125 \text{ ppm (0,308 mg/L)}$$

$$\% V/V = 0,308 \text{ mg/L} \times \frac{50}{1000} \text{ mg/L} \times 100 \%$$

$$X = 1,54\%$$



Lampiran 6. Gambar gambar penelitian dan hasil

1. Sampel Madu



Sampel E dan A



Sampel B



Sampel C



Sampel D

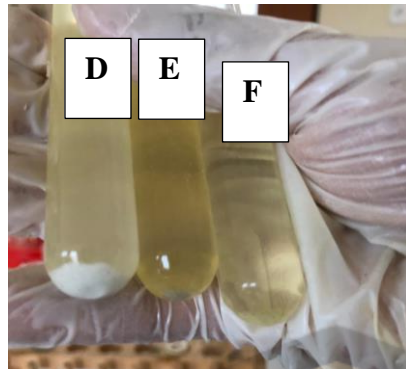


Sampel F

2. Analisis kualitatif dengan organoleptis

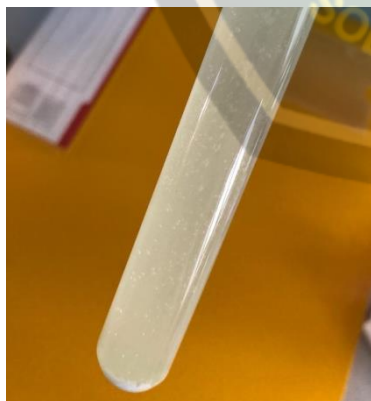


4. Analisis kuantitatif pengendapan

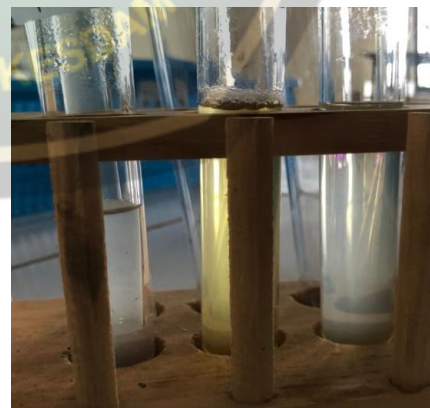


Sampel D

Sampel E



Sampel F

Hasil pengendapan yang
negative

5. Analisis Kuantitatif metode Spektrometri UV-VIS

1. Sampel D



Hasil kadar sampel D
yang ke 3

Hasil kadar sampel D
yang ke 2

2. Sampel E



Hasil kadar sampel E
yang ke 1

Hasil kadar sampel E
yang ke 2



Hasil kadar sampel E
yang ke 3

3. Sampel F



Hasil kadar sampel F
yang ke 1



Hasil kadar sampel F
yang ke 2

