

ISBN:

978-979-99168-1-5

PROSIDING
KNMSA 2015

Konferensi Nasional Matematika,
Sains dan Aplikasinya
Bandung, 26 Agustus 2015



Dipublikasikan oleh:

Fakultas Matematika & Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Bandung

:: repository.unisba.ac.id ::

Prosiding KNMSA 2015

Konferensi Nasional Matematika,
Sains dan Aplikasinya 2015

Fakultas Matematika & Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Islam Bandung, Jawa Barat, 26 Agustus 2015

“Linking Research Matematika, Sains dan Aplikasinya dalam
Menghadapi Persaingan Pasar Bebas”

Cover Design : Dr. Aceng Komarudin Mutaqin, MT., M.Si.

Tim Prosiding : Agung Dadi Permady
Sri Imelinda, S.Si.
Fatma Usemahu, S.Si.
Bayu Dwi Purnama
Annisa Lisa Nurjanah
Dwi Saraswati
Aldisa Garsifandia
Shobrina Nuradhanti Nugroho
Hilda Hidayati
Azka Fatharani
Hudzaifah Ishmatullah Izharulhaq
Atik Rohayati
Amy Amallya
Faris Lailatul Ramdhan
Yandi Eka Priatna

Dipublikasikan oleh : Fakultas Matematika & Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Islam Bandung, Bandung Jawa Barat

Editor

Ketua : Dr. Aceng Komarudin Mutaqin

Anggota : Suliadi, Ph.D.

Dr. Nusar Hajarisman

Dr. Yani Ramdani, Dra., M.Pd.

Livia Syafnir, Dra., M.Si.

Sri Imelinda, S.Si.

Fatma Usemahu, S.Si.



Kata Pengantar

Puji dan syukur kami panjatkan ke hadirat Allah SWT, karena hanya dengan izin-Nya maka dapat terselenggara kegiatan KONFERENSI NASIONAL MATEMATIKA, SAINS DAN APLIKASINYA (KNMSA 2015) oleh Fakultas Matematika & Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Islam Bandung pada tanggal 26 Agustus 2015 di Gedung Pascasarjana UNISBA Jl. Purnawarman No. 59 Bandung. Konferensi Nasional ini bertema "Linking Research Matematika dan Aplikasinya dalam Menghadapi Persaingan Pasar Bebas."

Panitia telah menerima sekitar 50 makalah berasal dari berbagai kalangan, seperti mahasiswa, akademisi, dan peneliti dan berasal dari berbagai daerah di Indonesia. Semua makalah tersebut dipresentasikan pada KNMSA 2015 di Unisba pada Tanggal 26 Agustus 2015, dalam bentuk oral dan dipublikasikan dalam sebuah prosiding. Kami ucapkan terima kasih kepada para peserta pemakalah yang telah berpartisipasi dalam rangka mempercepat pengembangan ilmu pengetahuan dan teknologi.

Semoga Prosiding KNMSA 2015 di Unisba ini bisa bermanfaat dalam penyebarluasan ilmu pengetahuan dan teknologi khususnya bidang matematika dan sains di Indonesia. Kepada semua pihak, terutama Tim Prosiding yang telah bekerja keras menyelesaikan prosiding ini, kami ucapkan terima kasih.

Bandung, Agustus 2015

Editor



Daftar Isi

	Halaman
Editor	i
Kata Pengantar	iii
Daftar Isi	v
Isolasi dan Identifikasi Senyawa Flavonoid dari Daun Mimba (<i>Azadirachta indica</i> A.H.J.Juss.) <i>Siti Hairunnisa, Yani Lukmayani, Leni Purwanti</i>	1-7
Pemahaman Siswa tentang Barisan dan Deret dari Sudut Pandang Teori Apos <i>Syaiful</i>	9-15
Penerapan Model Pertumbuhan Populasi untuk Menentukan Nilai Manfaat pada Asuransi Takaful Keluarga <i>Jansilmi Nur Al-Zia, Onoy Rohaeni, Eti Kurniati</i>	17-23
Uji Tanda dan Uji Rank Bertanda Wilcoxon Multivariat (Implementasi pada Pengujian Efektifitas Pengobatan Iodium Radioaktif pada Penderita Hipertiroid) <i>Fatma Usemahu, Suwanda, Aceng Komarudin Mutaqin</i>	25-31
Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Residu Tetrasiklin dalam Telur Ayam Organik dan Non-Organik Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) <i>Ayu Damarani, Nety Kurniaty, Diar Herawati</i>	33-38
Penerapan Pendekatan Saintifik terhadap Kemampuan Pemahaman dan Pemecahan Masalah Matematik Siswa SMA <i>Asep Ikin Sugandi</i>	39-48
Penerapan Metode Topsis Fuzzy Multiple Attribute Decision Making dalam Perankingan Calon Mahasiswa Baru Yang Melalui Jalur PMDK <i>Zenia Amarti, M. Yusuf Fajar, Respitawulan</i>	49-57
Economic Landscape dan Analisis Sektor Unggulan Provinsi Jawa Barat Berdasarkan Tabel Input Output Tahun 2005 dan 2010 <i>Egie Ginanjar Jayawardane, Teti Sofia Yanti, Lisnur Wachidah</i>	59-66
Formulasi Sediaan Sabun Mandi Padat Mengandung Lendir Bekicot (<i>Achatina fulica</i> Bowdich) sebagai Pelembab Kulit <i>Rinrin Wirianti, Amila Gadri, Sani Ega Priani</i>	67-75
Analisis Kandungan Etanol dalam Obat Batuk Sirup dengan Metode Kromatografi Gas Spektrofotometri Massa Sebagai Jaminan Kehalalan Produk <i>Shalahuddin Al Madury, M.Hatta Prabowo, Rochmy Istikharah</i>	77-84

Perilaku Dinamika Persamaan Differensial Bessel Melalui Basis Solusi Umum pada Gerak Batang Elastis	85-92
<i>Agus Nugraha, Gani Gunawan, Yani Ramdani</i>	
Metode Bootstrap untuk Diagram Kendali Minimax Multivariat	93-104
<i>Windy Fitriana Ramly, Teti Sofia Yanti, Siti Sunendiari</i>	
Perbandingan Aktivitas Antioksidan Serta Kadar Flavonoid Total Ekstrak Etanol Herba Bayam Hijau (<i>Amaranthus Hybridus L.</i>) dan Bayam Merah (<i>Amaranthus Tricolor L.</i>)	105-109
<i>Ruhdiana Eka Putra, Yani Lukmayani, Livia Syafnir</i>	
Analisis Kestabilan Model Penyebaran dan Pengendalian Penyakit Tuberculosis dengan Herbal	111-118
<i>Embay Rohaeti, Sri Wardatun, Ani Andriyati</i>	
Algoritma Prediksi Tekanan Aliran Tiga Fasa (Minyak, Pasir, dan Gas) Pada Jaringan Kompleks Pipa Minyak Mentah	119-125
<i>Ira Quraesyin, Respitawulan, Yurika Permanasari</i>	
Analisis Spektral dalam Penentuan Periodisitas Tersembunyi dari Data Prakiraan Cuaca di Kota Surabaya	127-136
<i>Mohammad Sobri, Sutawanir Darwis, dan Suliadi</i>	
Pengaruh Pembentukan Kokristal dalam Upaya Meningkatkan Kelarutan dan Laju Disolusi Glimepirid Menggunakan Asam Tartrat sebagai Koformer	137-142
<i>Denisa Noviana N.U., Fitrianti Darusman, Arlina Prima Putri</i>	
Formulasi Sediaan Tablet Hisap Mengandung Sari Buah Belimbing Wuluh (<i>Averrhoa bilimbi L.</i>)	143-146
<i>Sani Ega Prianti, Winda Kurniadewi, G.C. Eka Darma</i>	
Penilaian Kredit Agunan Rumah Menggunakan Straight Line Method	147-151
<i>Fitri Hidayanti, Yurika Permanasari, Onoy Rohaeni</i>	
Pemetaan Kondisi Ekonomi Menurut Data PDRB Atas Dasar Harga Berlaku Pada Tahun 2012 Menurut Lapangan Usaha dengan Menggunakan Teknik Multidimensional Scaling	153-157
<i>Meli Meliarni, Anneke Iswani Ahmad, Nusar Hajarisman</i>	
Perbandingan Komposisi Asam Lemak antara Minyak Ikan Gurami (<i>Osphronemus Goramy Lacépède</i>) dengan Minyak Ikan Nila (<i>Oreochromis Niloticus Linnaeus</i>) Menggunakan Kromatografi Gas-Spektroskopi Massa	159-163
<i>Rizka Wulan Sari, Indra Topik Maulana, dan Undang Ahmad Dasuki</i>	
Aliran Verifikasi Multimodal Menggunakan Informasi Wajah, Pola Suara dan Iris Mata	165-174
<i>Ina Agustina, Aris Gunaryati, Fauziah</i>	
Aplikasi Persamaan Diferensial Pada Model Pertumbuhan Populasi Logistik dengan Faktor Pemanenan	175-181
<i>Hilda Ayulia, Yani Ramdani, dan Respitawulan</i>	
Uji Baumgartner Weiß Schindler yang Di Modifikasi untuk Dua Sampel Berpasangan	183-188
<i>Rini Wahyuni, Anneke Iswani Achmad, Teti Sofia Yanti</i>	
Uji Aktivitas Antialergi Krim Minyak Biji Mimba (<i>Azadirachta indica A. Juss</i>) pada Kelinci Albino Hibrid New Zealand dengan Metode Uji Anafilaksis Kutan Aktif	189-194
<i>Rezsa Aprilia Rahmani, Fetri Lestari, Fitrianti Darusman</i>	

Studi Kualitas Air dan Potensi Makrozoobentos sebagai Bioindikator Kualitas Air di Sungai Cilaja Desa Babakan Cimahi	195-200
<i>Wahyu Surakusumah, Hertien Soertikanti Koesbandiah, Tina Safaria, Isthmah Waskita Sari</i>	
Analisis Beta Internal untuk Menentukan Component Value At Risk Suatu Portofolio dengan Asset Valuta Asing dan Saham Menggunakan Koefisien Korelasi	201-208
<i>Diana Wulansari Hermawan, Eti Kurniati, Yani Ramdani</i>	
Metode Kaplan-Meier Diboboti yang Diaplikasikan pada Data Klaim Polis Mitra Melati Asuransi Jiwa Bersama Bumiputera 1912	209-218
<i>Sri Imelinda, Aceng Komarudin Mutaqin, Anneke Iswani Achmad</i>	
Validasi Metode Analisis Kuantitatif Di-n-Butilftalat (DBP) pada Margarin dan Mentega Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dengan Detektor UV	219-224
<i>Faisal Aziz Setiawan, Bertha Rusdi, Nety Kurniaty</i>	
Menguji Kesamaan Dua Rata-rata untuk Varians Tidak Sama	225-232
<i>Sudartianto, Nono Suwarno</i>	
Prediksi Lama Studi Mahasiswa Menggunakan Sistem Inferensi Fuzzy dengan Metode Tsukamoto Contoh Kasus Mahasiswa Program Studi Matematika F-MIPA Unisba	233-240
<i>Ferawati Anna Nurjanah, M. Yusuf Fajar, Ichi Sukarsih</i>	
Model Credit Scoring Menggunakan Regresi Logistik Beserta Validasinya	241-251
<i>Ade Irma Nurwahidah, Abdul Kudus, Suliadi</i>	
Formulasi dan Uji Efektivitas Sediaan Gel Antiseptik Tangan (Hand Sanitizer) Mengandung Ekstrak Daun Jawer Kotok (<i>Plectranthus Scutellarioides</i> (L.) R.Br.)	253-258
<i>Gia Asprilia, Sani Ega Priani, Umi Yuniarni</i>	
Pengaruh Pemberian Ekstrak <i>Auricularia polytricha</i> (Mont.) Sacc. Terhadap Efek Antiagregasi Trombosit Mencit Swiss Webster Jantan	259-264
<i>Sri Peni Fitrianingih, Lanny Mulqie, Yani Lukmayani, Annisa I. Rahayuningtyas</i>	
Modifikasi Gauss-Seidel untuk Menentukan Penyelesaian Numerik pada Sistem Persamaan Linear (SPL) dengan Menggunakan Metode Relaksasi	265-275
<i>Fatimah, Gani Gunawan, Ichi Sukarsih</i>	
Pengujian Otokorelasi untuk Fixed Effect Model (FEM) Data Panel Menggunakan Statistik Uji Modifikasi Durbin Watson (MDW)	277-285
<i>Abharina Fadlillah, Nusar Hajarisman, Teti Sofia Yanti</i>	
Uji Efektifitas Antihiperurisemia Ekstrak Etanol Daun Salam dan Daun Jambalang serta Kombinasinya pada Tikus Wistar Jantan	287-293
<i>Diana Permatasari, Umi Yuniarni, Suwendar</i>	
Kontrol Parameter pada Model Penyebaran Penyakit Menular MERS-CoV: Antisipasi terhadap Jamaah Umrah/Haji Asal Indonesia	295-302
<i>Benny Yongn, Livia Owen</i>	
Pengembangan Alat Uji Carik Formalin Menggunakan Matriks Polistiren Divinilbenzen	303-307
<i>Achmad Nafis Mufattisy Al Harishi, Diar Herawati, Rusnadi</i>	

Pemodelan Matematis Pertumbuhan Bakteri Sehubungan dengan Perpindahan Panas dalam Simulator Pasteurisasi Skala Pilot <i>Nurchahyo</i>	309-315
Karakterisasi Simplisia dan Ekstrak Etanol Buah Salak (<i>Salacca Zalacca</i> (Gaertner) Voss) <i>Soni Sulaksono, Sri Peni Fitriainingsih, Umi Yuniarni</i>	317-320
Analisis Penalaran Moral Siswa SMP Di Kota Bandung Mengenai Isu-Isu Sains Menggunakan Tes Dilema Moral <i>Diana Safitri, Winny Liliawati, Heni Rusnayati</i>	321-326
Analisis Perbandingan Aktivitas Antioksidan dengan Metode Peredaman DPPH pada Filtrat Produk Utama dan Produk Samping Tahu <i>Leny Marlina, Hilda Aprilia Wisnuwardhani, Bertha Rusdi</i>	327-331
Metode Resistivitas untuk Identifikasi Intrusi Air Laut di Pantai Ujung Genteng, Kabupaten Sukabumi <i>Nanang Dwi Ardi, Mimin Iryanti</i>	333-336
Telaah Fitokimia dan Aktivitas Antioksidan dalam Biji Salak (<i>Salacca Zalacca</i> (Gaert.) Voss) dengan Metode Peredaman Radikal Bebas DPPH <i>Hesty Aprianti, Endah Rismawati Eka Sakti, Esti Rachmawati Sadiyah</i>	337-343
Aktivitas Antihiperqlikemik Ekstrak Etanol Daun Keji Beling dan Tapak Dara serta Kombinasinya pada Mencit Swiss Webster Jantan yang Diinduksi Aloksan <i>Umi Yuniarni, Nur Amanah, Siti Hazar</i>	345-349
Formulasi Sediaan Gel Handsanitizer Ekstrak Kulit Buah Rambutan (<i>Nephelium lappaceum</i> L) serta Uji Aktivitasnya terhadap Bakteri <i>Escherichia coli</i> dan <i>Staphylococcus aureus</i> <i>Wina Rahayu Selvia, Dina Mulyanti, Sri Peni Fitriainingsih</i>	351-355
Membandingkan Dua Statistik Uji dalam Masalah Behren Fisher <i>Nono Suwarno, Sudartianto</i>	357-363
Aktivitas Antifungi Ekstrak Etanol Biji Pala <i>Myristica Fragrans</i> Houtt. Terhadap <i>Candida albicans</i> <i>Muhammad Fakhrrur Rajih, Suwendar, Lanny Mulqie</i>	365-370
Karakteristik Edible Film Berbasis Pati <i>Canna indica</i> L. Dengan Penambahan Aloe Vera L. <i>Burm.f.</i> <i>Venny Agustien Wulandhari, Arlina Prima Putri, Anggi Arumsari</i>	371-377

Validasi Metode Analisis Kuantitatif Di-n-Butilftalat (DBP) pada Margarin dan Mentega Secara Kromatografi Cair Kinerja Tinggi dengan Detektor UV

Faisal Aziz Setiawan, Bertha Rusdi, Nety Kurniaty

Prodi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,
Universitas Islam Bandung, Jl. Ranggagading No. 8 Bandung
e-mail: flysal_as@yahoo.com; bertha_rusdi@yahoo.com; netykurniaty@yahoo.com

Abstrak

Di-n-butylftalat (DBP) merupakan salah satu bahan tambahan yang mungkin ditambahkan dalam kemasan pangan plastik. DBP sewaktu-waktu dapat bermigrasi dari kemasan ke makanan yang dikemas dan bila dikonsumsi dalam kadar yang tinggi, dapat mengganggu sistem endokrin. Penggunaan DBP dalam kemasan pangan diatur dalam Peraturan Kepala BPOM RI No.HK.03.1.23.07.11.6664 tahun 2011 tentang Pengawasan Kemasan Pangan, yang menjelaskan bahwa batas migrasi DBP dari kemasan ke makanan adalah 0,3 ppm. Validasi metode untuk menganalisis secara kuantitatif senyawa DBP dalam sampel margarin dan mentega dengan menggunakan instrumen KCKT telah dilakukan dengan melakukan pengujian terhadap 5 parameter validasi yaitu linearitas dengan nilai $r = 0,995$; LOD sebesar 0,125 ppm dan LOQ sebesar 0,416 ppm; kecermatan dengan nilai perolehan kembali berada dalam rentang 75-125%; keseksamaan dengan nilai RSD luas area < 2%; dan spesifisitas dengan nilai RSD waktu retensi < 2%. Optimasi sistem KCKT pun telah dilakukan dan diperoleh sistem KCKT yang sesuai untuk melakukan metode ini sehingga diperoleh hasil validasi metode yang valid (absah). Pengujian sampel dilakukan terhadap sampel margarin dan mentega yang dikemas dengan bahan kemasan plastik yang berbeda dan hasil yang diperoleh yaitu kadar DBP dalam sampel-sampel tersebut sebesar 4,13; 6,25; dan 1,15 ppm, yang berarti kadarnya melebihi batas kadar migrasi DBP dari kemasan ke makanan.

Kata Kunci: di-n-butylftalat, DBP, validasi, KCKT

1. Pendahuluan

Pemlastis atau plasticizer merupakan salah satu bahan tambahan yang sering ditambahkan dalam bahan dasar plastik untuk meningkatkan fleksibilitasnya sehingga lebih mudah dibentuk sesuai dengan tujuan penggunaannya (Rosyianie, 2008). Ftalat atau ester ftalat adalah ester dari asam ftalat yang merupakan senyawa kimia yang umum digunakan sebagai bahan pemlastis. Ftalat diketahui tidak terikat secara kovalen pada polimer sehingga dapat bermigrasi ke permukaan matriks polimer (Staples, 2003). Hal tersebut dapat menjadi bahaya ketika ftalat dari kemasan pangan berpemlastis ftalat bermigrasi ke permukaan dan pindah ke makanan yang kontak dengan kemasan tersebut. Diketahui bahwa beberapa jenis ftalat merupakan endocrine disruptors yang bersifat testis dan ovarium toksikan, teratogenik, dan dapat mengganggu kondisi fisik dan hormonal dalam kadar yang tinggi (EPA, 2007; ATSDR, 2001). Ftalat telah menjadi kontaminan lingkungan dimana-mana karena penggunaannya yang luas dalam berbagai produk, namun kontaminasi ftalat dalam makanan merupakan sumber utama dari paparan ftalat ke manusia. Karena makanan adalah sumber utama paparan ftalat, penting untuk memantau tingkat ftalat dalam makanan untuk mengetahui seberapa besar ftalat yang dapat terpapar ke manusia. Pada penelitian ini dilakukan validasi metode analisis ftalat menggunakan KCKT-UV untuk menganalisis senyawa ftalat, khususnya DBP atau di-n-butylftalat dalam bahan makanan margarin dan mentega, serta dilakukan juga analisis kadar DBP dalam sampel margarin dan mentega menggunakan metode yang telah di validasi tersebut. Dari penelitian ini diharapkan agar diperoleh metode analisis yang valid untuk menganalisis secara kuantitatif senyawa DBP dalam sampel margarin dan mentega dengan menggunakan instrumen KCKT.

2. Metode Penelitian

2.1 Bahan

Standar dibutilftalat (Merck-Schuchardt), asetonitril HPLC grade (Merck), n-Heksan pro analisis (Merck), aquabides, dietileter pro analisis (Merck), Florisil (Merck), glass wool, aluminium foil, plastik *wrap*, sampel mentega dan margarin yang diperdagangkan.

2.2 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari alat-alat gelas yang biasa digunakan di laboratorium, timbangan analitik (Mettler Toledo) Tipe A1 204, mikro pipet 10-100 μL (Eppendorf), PTFE 0,45 μm (Agilent), kolom kromatografi, sentrifuga, spatel, oven, *hot plate*, instrumen KCKT (Agilent Technology 1220 Infinity LC) dengan detektor UV, kolom C_{18} (Zorbax SB-C18 4,6 x 250 mm 5 -Micront).

2.3 Metode

Penelitian diawali dengan persiapan awal yaitu pembuatan larutan standar dan penyiapan sampel uji. Larutan stok dibutilftalat disiapkan dengan menimbang 0,1g dibutilftalat dan dilarutkan dalam labu ukur 50mL dengan asetonitril kemudian dilakukan pengenceran bertingkat sehingga diperoleh larutan stok akhir dengan konsentrasi 100 ppm. Larutan baku 10 ppm dibuat dengan mengencerkan larutan stok 100 ppm, dari larutan baku tersebut kemudian dibuat larutan standar dengan konsentrasi 1; 0,75; 0,5; 0,2; 0,1 dan 0,05 ppm. Sampel uji disiapkan dengan mengencerkan masing-masing 50 g sampel margarin dan mentega. Sampel margarin dan mentega yang digunakan tertera pada Tabel 1. Dari sampel yang telah mencair diambil bagian minyaknya untuk disentrifuga pada kecepatan 2000 rpm selama 25 menit. Supernatan diambil untuk dilakukan proses isolasi analit. Proses isolasi analit dilakukan menggunakan kolom kromatografi dengan adsorben florisil, pre-elusi kolom menggunakan 40 mL heksan dengan laju elusi 2 mL/menit, pencucian dengan 40 mL heksan dan elusi analit dengan 100 mL campuran dietileter:heksan (20:80 v/v). Hasil elusi diuapkan hingga tersisa residu kering lalu dilarutkan kembali dengan asetonitril.

Tabel 1. Sampel yang dipergunakan

Sampel	Jenis	Kemasan
A	Margarin	Plastik kode 05 (PP)
B	Margarin	Plastik kode 07 (Other)
C	Mentega	Plastik <i>wrap</i>

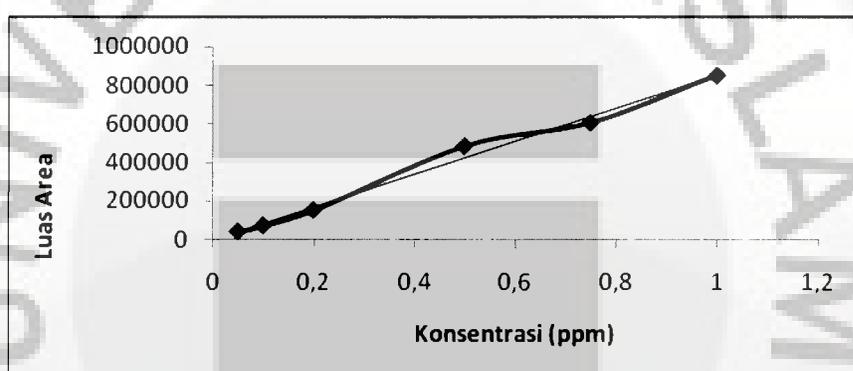
Analisis dilakukan dengan menggunakan instrumen KCKT (Agilent Technology 1220 Infinity LC) dengan detektor UV dan kolom pemisahan yang digunakan yaitu kolom C_{18} (Zorbax SB-C18 4,6 x 250 mm 5 -Micront). Fase gerak yang digunakan adalah campuran aquabides dan asetonitril dengan program elusi gradien linier 75-80% asetonitril selama 2 menit, 80-85% asetonitril selama 3 menit, 85-90% asetonitril selama 2 menit, 90-100% asetonitril selama 3 menit, kembali ke komposisi awal selama 2 menit lalu tahan selama 3 menit. Laju alir di set sebesar 1 mL/menit dan deteksi dilakukan pada absorbansi panjang gelombang 230 nm.

Validasi metode dilakukan dengan penentuan keberhasilan berdasarkan parameter-parameter validasi yang meliputi linieritas, LOD dan LOQ, kecermatan (Accuracy), keseksamaan (Precision), dan spesifisitas. Setelah metode divalidasi, dilakukan penetapan kadar dibutilftalat dalam sampel dengan menggunakan metode yang telah divalidasi.

3. Pembahasan

Pada tahap awal penelitian, dilakukan persiapan awal dengan melakukan pembuatan larutan standar dan persiapan sampel uji dengan mengisolasi DBP dalam margarin dan mentega. Proses isolasi ini dilakukan menggunakan kromatografi kolom. Fase diam yang digunakan dalam kromatografi kolom ini adalah magnesium silika atau yang lebih dikenal dengan nama dagang florisil. Pemilihan florisil sebagai fase diam dalam kromatografi kolom ini karena florisil memiliki tingkat kepolaran yang lebih rendah dari silika biasa, sehingga cocok untuk menahan DBP yang memiliki tingkat kepolaran yang tidak terlalu tinggi. Dalam proses isolasi, pertama kolom dipre-elusi menggunakan heksan. Setelah pre-elusi selesai, sampel dimasukkan kemudian dicuci menggunakan heksan untuk menarik senyawa-senyawa non-polar, DBP sebagai analit yang akan diperiksa tidak ikut terelusi disini karena sifatnya yang sedikit polar sehingga akan tertahan pada fase diamnya. Kemudian kolom dielusi dengan campuran eluen dietileter:heksan (20:80) untuk menarik DBP yang tertahan pada fase diam. Eluat yang didapat kemudian diuapkan hingga diperoleh residu kering, lalu dilarutkan kembali dalam asetonitril.

Dalam tahap validasi, parameter awal yang diujikan adalah linearitas. Persyaratan dapat diterimanya data linearitas untuk validasi metode pengujian cemaran yaitu jika memenuhi nilai koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,98. Kurva linearitas diperoleh dari hubungan antara konsentrasi dengan luas area analit yang diperoleh dari kromatogram. Persamaan yang diperoleh dari kurva linearitas adalah $y = 857527x - 2845,64$ dengan koefisien korelasi (r) sebesar 0,995. Rentang konsentrasi DBP yang diujikan antara 0,05 hingga 1 ppm. Kurva linearitas ditunjukkan pada Gambar 1. Data tersebut menunjukkan linearitas yang baik dimana koefisien korelasi yang diperoleh telah memenuhi persyaratan.



Gambar 1. Kurva linearitas antara konsentrasi (ppm) dengan luas area

Parameter berikutnya yang diujikan adalah batas deteksi (LOD) dan batas kuantitasi (LOQ). Menurut Harmita (2004), batas deteksi dan kuantitasi dapat dihitung secara statistik melalui garis regresi linier dari kurva kalibras dengan terlebih dahulu menghitung nilai simpangan baku residualnya. Untuk menghitung nilai LOD dan LOQ dapat digunakan rumus (1)

$$Q = \frac{k}{s} \quad (1)$$

Nilai LOD dan LOQ dari analisis DBP ini yaitu 0,125 ppm untuk LOD dan 0,416 ppm untuk LOQ. Berdasarkan survey yang dilakukan Cao (2010), untuk analisis fatat pada sampel bahan makanan berlemak batas deteksinya berada pada tingkat ppm dan subppm.

Parameter lain yang diujikan berikutnya adalah kecermatan. Kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis yang diperoleh dengan kadar analit yang sebenarnya (Harmita, 2004). Dalam Chan (2004) kecermatan dinyatakan sebagai persen perolehan

kembali (*recovery*) dari jumlah analit yang ditambahkan. Pengujian dilakukan dengan membuat larutan adisi dengan konsentrasi 0,1 ppm sebagai kadar rendah; 0,2 ppm sebagai kadar sedang; dan 0,5 ppm sebagai kadar tinggi. Pemilihan konsentrasi didasarkan pada konsentrasi standar yang digunakan pada pengujian parameter linearitas. Kriteria penerimaan kecermatan sangat tergantung pada konsentrasi analit dalam matriks sampel. Nilai rata-rata persentase perolehan kembali harus berada dalam rentang berdasarkan APVMA (2004) yang ditunjukkan pada Tabel 2. Nilai rata-rata perolehan kembali pada analisis DBP untuk konsentrasi 0,1; 0,2; 0,5 berturut-turut adalah sebesar 87,31%, 95,86%, dan 115,14%. Maka berdasarkan rentang penerimaan menurut APVMA (2004), hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa kecermatan memenuhi syarat dalam rentang 75-125%.

Tabel 2. Rentang penerimaan % *recovery* (APVMA, 2004)

Kandungan Analit dalam Sampel (%)	Rentang Penerimaan <i>Recovery</i> (%)
≥ 10	98 - 102
≥ 1	90 - 110
0,1 sampai 1	80 - 120
< 0,1	75 - 125

Bersamaan dengan pengujian kecermatan, dilakukan pula pengujian parameter keseksamaan. Keseksamaan menunjukkan derajat kedekatan antara hasil pengujian individu yang diterapkan secara berulang-ulang. Derajat kedekatan tersebut ditunjukkan oleh nilai Relative Standard Deviation (RSD). Menurut Harmita (2004) kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif atau koefisien variasi 2% atau kurang. Akan tetapi kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium. Pengujian ini dilakukan untuk melihat keseksamaan instrumen terhadap sampel. Pengujian dilakukan dengan menyuntikan larutan sampel adisi konsentrasi 0,2 ppm sebanyak 6 kali kedalam alat KCKT.

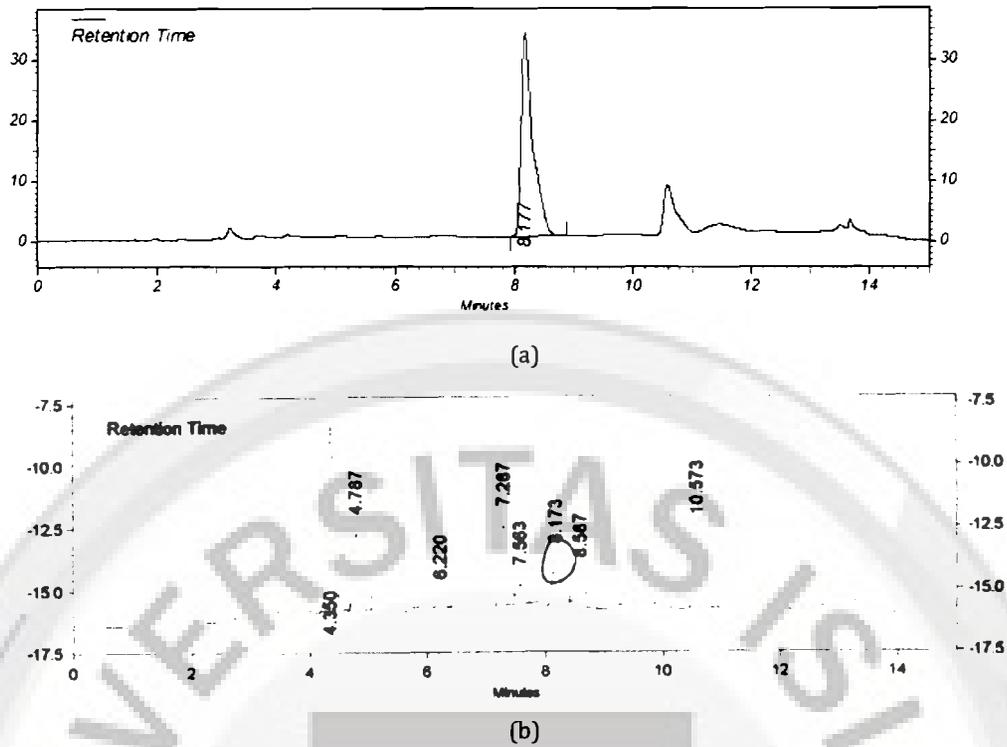
Pengujian keseksamaan metode pada analisis DBP ini menghasilkan nilai persentase RSD sebesar 1,31%. Maka berdasarkan rentang penerimaan menurut APVMA (2004) yang ditunjukkan pada Tabel 3, uji keseksamaan ini memenuhi syarat untuk menyatakan bahwa metode yang digunakan dalam analisis ini dapat menghasilkan keterulangan yang stabil.

Tabel 3. Kriteria Penerimaan Keseksamaan

Analit dalam Sampel (%)	Nilai Keseksamaan
≥ 10,0	≤ 2%
1,0 sampai 10,0	≤ 5%
0,1 sampai 1,0	≤ 10%
< 0,1	≤ 20%

Pengujian parameter validasi yang terakhir adalah spesifitas. Spesifitas adalah kemampuan untuk mengukur secara akurat suatu analit dengan adanya gangguan dari komponen yang dapat diharapkan untuk ada seperti pengotor, hasil degradasi, dan bahan tambahan (Bliesner, 2006). Pada Harmita (2004) dijelaskan bahwa pada uji spesifisitas, hasil kromatogram standar dan sampel harus menunjukkan waktu retensi yang sama dan pada daerah sekitar waktu retensi tidak boleh ada gangguan yang dapat dilihat dari kromatogram larutan blanko. Gambar 2 menunjukkan tampilan DBP pada kromatogram. Untuk mengetahui apakah waktu retensi menunjukkan waktu yang sama, dapat dilihat dari nilai RSD waktu retensi pada data presisi dimana syaratnya yaitu RSD

< 2%. Dari hasil pengolahan data waktu retensi, diperoleh nilai RSD yaitu 0,155 yang berarti hasil tersebut memenuhi persyaratan.



Gambar 2. Kromatogram (a) standar DBP 10 ppm, (b) sampel

Tahap akhir dari penelitian ini adalah pengukuran kadar DBP dalam sampel margarin dan mentega menggunakan metode yang telah divalidasi sebelumnya. Pengujian dilakukan terhadap dua sampel margarin dan satu sampel mentega. Sampel A merupakan produk margarin kemasan cup plastik dengan kode 05 yang berarti kemasan tersebut berbahan Polypropylene (PP), sedangkan sampel B merupakan produk margarin kemasan sachet plastik dengan kode 7 (Other). Kemasan plastik dengan kode 07 dapat terbuat dari bahan Polycarbonat, bio-based plastic, co-polyester, acrylic, polyamide, atau campuran plastik. Dan sampel C merupakan produk mentega kiloan yang dikemas dengan film plastik bening.

Dari hasil pengujian didapatkan bahwa semua sampel mengandung DBP dengan konsentrasi sebesar 4,13 ppm untuk sampel A; 6,25 ppm untuk sampel B; dan 1,15 ppm untuk sampel C. Dalam Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK. 03.1.23.07.11.6664 tahun 2011 tentang Pengawasan Kemasan Pangan, dinyatakan bahwa DBP merupakan zat kontak pangan yang diizinkan digunakan sebagai kemasan pangan dengan persyaratan batas migrasi sebesar 0,3 ppm. Berdasarkan peraturan tersebut maka ketiga produk yang diuji mengandung DBP yang telah melewati batas migrasinya. Sumber DBP yang bermigrasi dari kemasan ke makanan tidak hanya berasal dari bahan plastik pengemasnya saja, namun menurut Cao (2010) juga dapat berasal dari tinta yang digunakan untuk mencetak tulisan atau gambar di permukaan luar kemasan. Sehingga, kandungan DBP yang lebih tinggi pada sampel A dan B bisa juga karena berasal dari tinta yang digunakan untuk mencetak tulisan dan gambar pada kemasannya karena pada sampel C kemasan yg digunakan tidak terdapat cetakan tulisan maupun gambar.

4. Kesimpulan

Metode analisis kuantitatif dibutifaltal pada margarin dan mentega secara KCKT dengan detektor UV telah divalidasi berdasarkan lima parameter validasi, yaitu linearitas dengan nilai $r = 0,995$; LOD sebesar 0,125 ppm dan LOQ sebesar 0,416 ppm; kecermatan dengan nilai perolehan kembali berada dalam rentang 75-125%; keseksamaan dengan nilai RSD luas area $< 2\%$; dan spesifisitas dengan nilai RSD waktu retensi $< 2\%$. Sistem KCKT yang digunakan telah sesuai untuk digunakan dalam pengerjaan metode analisis ini. Hasil validasi terhadap metode analisis yang digunakan dalam penelitian ini menunjukkan bahwa seluruh pengujian berada dalam rentang penerimaan dan dapat dikatakan bahwa metode analisis tersebut adalah valid (absah). Dari tiga sampel yang diuji, sampel A, B dan C semuanya menunjukkan adanya kandungan DBP di dalamnya dengan konsentrasi masing-masing 4,13 ppm, 6,25 ppm dan 1,15 ppm maka berdasarkan Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK. 03.1.23.07.11.6664 tahun 2011 tentang Pengawasan Kemasan Pangan, ketiga produk yang diuji mengandung DBP yang telah melewati ketentuan batas migrasinya yaitu 0,3 ppm.

Daftar Pustaka

- [APVMA] Australian Pesticides and Veterinary Medicines Authority. 2004. Guidelines for the Validation of Analytical Methods for Active Constituent, Agricultural and Veterinary Chemical Products. <http://apvma.gov.au/sites/default/files/docs/guideline-69-analyticalmethods.pdf>
- [ATSDR] U.S. Agency for Toxic Substances and Disease Registry. 2001. Toxicological Profile for di-n-Butyl Phthalate. <http://www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp135.pdf>
- Bliesner, M. David. 2006. *Validating Chromatographic Methods: A Practical Guide*. A John Wiley & Sons, inc., New Jersey.
- [BPOM] Badan Pengawasan Obat dan Makanan. 2011. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK. 03.1. 23. 07. 11.6664 tentang Pengawasan Kemasan Pangan. BPOM, Jakarta.
- Cao, Xu-Liang. 2010. Phthalate Esters in Foods: Sources, Occurrence, and Analytical Methods. *Comprehensive Reviews In Food Science And Food Safety—Vol. 9*
- Chan, C. C., Herman Lam, Y. C. Lee, Xue Ming Zhang. 2004. *Analytical Method Validation and Instrument Performance Verification* (ed). John Willey & Sons, Inc Publication. New Jersey.
- [EPA] U.S. Environmental Protection Agency. 2007. Phthalates: Chemical Summary. http://www.epa.gov/teach/chem_summ/phthalates_summary.pdf
- Guo, Z., Danyi Wei, Meili Wang, and Sui Wang. Determination of Six Phthalic Acid Esters in Orange Juice Packaged by PVC Bottle Using SPE and HPLC-UV: Application to the Migration Study. *J. Chromatogr. Sci.* 48: 760-765 (2010).
- Harmita. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. Di dalam : *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Desember., Vol. 1, No.3, pp.117 –135. Departemen Farmasi FMIPA-UI.
- Rosyianie, Y., D. Pangaribuan, dan R. Hutapea. 2008. *Pemlastis (Plasticiser) dalam Plastik untuk Kemasan Pangan*. Di dalam : Buletin Keamanan Pangan BPOM RI. Volume 13/Tahun VII/2008. Direktorat Surveilans dan Penyuluhan Keamanan Pangan.
- Stanley, M.K., K.A. Robillard, dan C.A. Staples. 2003. *The Handbook of Environmental Chemistry* Vol. 3, Part Q (C.A. Staples,ed.). Springer, Verlag, Berlin, Heidelberg.