



Penentuan Etanol pada Minuman Beralkohol Jenis Vodka dengan Kromatografi Gas

Cantika Fasya Takwayana¹, Farah Azzahra Alya Sabrina², Danty Bulan Araminta³, Abi Khalif Refiansyah Yusuf⁴, Putri Marselina⁵

^{1,2,3,4,5} Universitas Negeri Semarang

Abstract

Received: 01 Juni 2024

Revised : 08 Juni 2024

Accepted: 15 Juni 2024

The aim of this research is to measure ethanol levels and determine the suitability of the results of the non-standard analysis method developed. Determination of ethanol content was carried out at the Jakarta Class 1 Applied Chemistry and Excise Goods Laboratory using gas chromatography with parameters of linearity, precision, accuracy, limit of detection (LOD) and limit of ethanol content. Quantification (LOQ) and estimation of measurement uncertainty. The ethanol content was measured using gas chromatography at the Applied Chemistry Research Institute and was found to be 0.0888%. 0.0909%; 0.0762%; 0.0672%; 0.0707, an average of 0.0787%, the ethanol content value obtained by the Customs and Excise Department was 0.0881%. 0.0851%; 0.0901%; 0.0893%; and 0.0882 – the average is 0.0882%. Meanwhile, the ethanol content in the sample packaging was 19%. From these results it can be concluded that the results of determining the value of ethanol content using gas chromatography are not good. The estimated uncertainty in measuring ethanol content using gas chromatography at the Institute of Applied Chemistry is 0.0787 ± 0.0007 , and the estimated uncertainty at the Institute of Customs and Excise is 0.0882 ± 0.0007 .

Keywords: Vodka alcoholic drink, Gas Chromatography

(*) Corresponding Author: candraggp@gmail.com

How to Cite: Takwayana, C. F., Sabrina, F. A. A., Araminta, D. B., Yusuf, A. K. R., & Marselina, P. (2024). Penentuan Etanol pada Minuman Beralkohol Jenis Vodka dengan Kromatografi Gas. <https://doi.org/10.5281/zenodo.12511378>

PENDAHULUAN

Minuman beralkohol adalah hasil pertanian yang mengandung karbohidrat hasil fermentasi yang disuling atau difermentasi tanpa penyulingan, dengan atau tanpa perlakuan awal, dengan penambahan bahan lain, dengan mencampurkan konsentrat dengan alkohol, atau dengan mengencerkan minuman beralkohol. Ada berbagai jenis minuman beralkohol, seperti wine, brendi, wiski, sampanye, Jagermeister, sake, rum, absinthe, dan vodka (Didinkaem, 2006). Vodka adalah minuman yang diperoleh dengan cara menyuling cairan (cairan) yang mengandung alkohol dari hasil fermentasi biji-bijian dan menambahkan arang atau karbon aktif setelah proses penyulingan (Permenperin, 2012).

Menurut Peraturan Menteri Kesehatan Republik Indonesia Nomor 86/Menkes/Per/IV/77, minuman beralkohol yang dimaksud adalah semua jenis minuman beralkohol, termasuk minuman beralkohol hasil sulingan golongan A dengan kadar alkohol 1 sampai 5%. Termasuk minuman beralkohol kelas B dengan kandungan alkohol 5% sampai 20% dan minuman beralkohol kelas C dengan kandungan alkohol 20% sampai 55%, tetapi tidak termasuk minuman beralkohol



dari jenis yang digunakan dalam pengobatan (Mardoni, 2006). Alkohol adalah senyawa yang mengandung gugus -OH. Umumnya alkohol yang terkandung dalam minuman beralkohol adalah etil alkohol atau etanol. Proses produksi alkohol terjadi melalui fermentasi madu, sari buah, atau umbi-umbian (Dewi, 2008).

Minuman beralkohol saat ini menjadi masalah di Indonesia. Konsumsi alkohol sudah dikenal luas di berbagai kalangan. Selain itu, banyak produsen ilegal yang memproduksi alkohol dengan kadar alkohol melebihi 55%, dan banyak kasus keracunan akut dan kronis akibat konsumsi alkohol melebihi 55%. Pengujian kandungan alkohol sangat diperlukan karena banyak minuman beralkohol ilegal saat ini didistribusikan di masyarakat lokal dan kandungan etanolnya tidak memenuhi peraturan Badan Pengawas Obat dan Makanan (FDA) yaitu 55% atau kurang. Kandungan etanol dalam minuman beralkohol dapat ditentukan dengan menggunakan metode kromatografi gas (Budiastra, 2009). Penentuan kandungan etanol pada minuman beralkohol vodka merupakan prosedur rutin yang dilakukan di Balai Pemeriksaan Pabean dan Barang Tipe 1 di Jakarta, karena berkaitan dengan urusan pokok kepabeanan yaitu pemeriksaan dan identifikasi barang untuk keperluan kepabeanan dan barang. Ini adalah salah satu ujian terpenting. Berdiri dalam harmoni. Oleh karena itu, metode penentuan kadar etanol pada minuman beralkohol perlu dilakukan validasi untuk mengetahui keakuratan metode yang digunakan.

Validasi metode analitik adalah perlakuan kritis terhadap parameter tertentu berdasarkan studi laboratorium untuk menunjukkan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan dan sesuai untuk digunakan (Harmita, 2004). Validasi suatu metode dipastikan dengan menggunakan bukti berupa data objektif dan pengujian sesuai kriteria penerimaan. Validasi dapat dilakukan terhadap metode yang sedang dikembangkan maupun metode nonstandar (Riyanto, 2014).

Parameter penting yang perlu diperhatikan pada saat validasi adalah presisi, presisi, batas kuantifikasi (LOQ), batas deteksi (LOD), sensitivitas, selektivitas, kekuatan metode (robustness), dan ketidakpastian (Anwar, 2007). Namun, parameter yang dijalankan untuk setiap pengujian bervariasi tergantung kebutuhan Anda. Penelitian ini fokus pada analisis kandungan etanol menggunakan metode kromatografi gas.

Kromatografi gas adalah metode untuk memisahkan dan mengidentifikasi senyawa organik yang mudah menguap. Kandungan etanol dalam sampel cair dapat ditentukan dengan menggunakan metode kromatografi gas. Metode ini dapat memisahkan zat organik kompleks sehingga dapat digunakan untuk menentukan kandungan etanol (Mardoni, 2009).

METHODS

Pada penelitian ini dilakukan dengan percobaan eksperimen langsung, menggunakan data primer. Adapun sampel vodka yang dijadikan objek penelitian nantinya dilakukan hal sebagai berikut.

Sampel vodka dituangkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditempatkan dalam penangas suhu konstan pada 20 °C selama 1 jam. Sampel dituangkan ke dalam labu destilasi yang telah ditambahkan batu didih, seluruh labu dicuci dengan air suling dingin, dan air suling dituangkan ke dalam labu destilasi dan dicuci tiga kali. Siapkan alat destilasi, kumpulkan hasil destilat ke dalam labu ukur, dan tambahkan

es atau air dingin di sekitar labu ukur. Distilasi dilakukan dengan mengatur suhu mantel pemanas hingga volume distilat kira-kira 5 ml, kemudian ditempatkan dalam penangas suhu konstan pada 20 °C selama 1 jam. Sampel diambil sebanyak 2 ml dan dimasukkan ke dalam labu takar, kemudian 10 ml dimasukkan ke dalam labu takar. Butanol standar internal ditambahkan hingga 0,2 ml dan air sulingan hingga batasnya. Lap labu ukur dengan menempelkan kertas saring pada dinding bagian dalam labu ukur. Larutan dikocok hingga homogen dan diberi label.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Kadar Etanol dengan Kromatografi Gas FID

Penentuan kadar etanol pada sampel minuman beralkohol jenis vodka bertujuan untuk mengetahui nilai etanol yang terkandung dalam sampel. Penentuan kadar etanol pada sampel minuman beralkohol jenis vodka dengan metode kromatografi gas yang dilakukan di Balai Laboratorium Bea dan Cukai merupakan salah satu metode yang sudah tersertifikasi oleh KAN, maka dari itu metode penelitian ini dilakukan untuk menguji kadar etanol pada minuman beralkohol secara berkala. Penelitian ini mengacu pada ASTM 2003 mengenai penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas. Penelitian ini selain dilakukan di laboratorium Bea dan Cukai juga dilakukan di laboratorium Kimia Terapan Universitas Islam Indonesia.

Preparasi yang dilakukan sebelum pengujian yaitu membuat larutan deret standar. Larutan deret standar dibuat dengan konsentrasi 0, 1, 3, 5, 7, dan 10%, yang dibuat dari etanol p.a, lalu ditambahkan standar internal butanol dan pelarut air lalu diinjeksikan pada kromatografi gas dan akan menghasilkan kurva kalibrasi, dimana kurva kalibrasi tersebut yang nantinya digunakan untuk menghitung kadar etanol pada sampel.

Penentuan kadar etanol dengan kromatografi gas di laboratorium kimia terapan dan laboratorium bea cukai terdapat beberapa perbedaan yaitu :

Preparasi

Preparasi sampel yang dilakukan di laboratorium kimia terapan pada saat pemisahan larutan menggunakan metode evaporasi, sedangkan di laboratorium bea cukai menggunakan metode destilasi. Sehingga dengan perbedaan proses pemisahan tersebut mengakibatkan hasil destilasi di laboratorium bea dan cukai lebih banyak yaitu dari sampel 50 mL menghasilkan destilat 35 mL dengan kisaran waktu 3 sampai 4 jam, sedangkan di laboratorium kimia terapan dengan volume sampel 50 mL hanya menghasilkan destilat 19 mL dengan kisaran waktu 20 menit.

Optimasi Alat

Optimasi kromatografi gas di laboratorium kimia terapan mengacu pada metode yang digunakan oleh Yanti,dkk (2019). Sedangkan untuk optimasi kromatografi gas yang dilakukan di laboratorium bea cukai tidak diperoleh informasi.

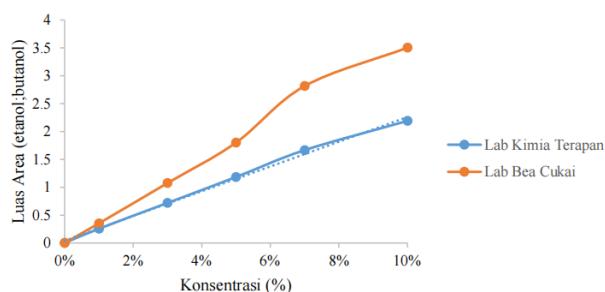
Berdasarkan penjelasan diatas didapatkan hasil kurva kalibrasi di dua lab yang berbeda. Hasil penentuan kurva kalibrasi deret standar ditunjukkan pada Tabel 1 dan 2

Tabel 1 Penentuan Kurva Kalibrasi Deret Standar Etanol p.a di Lab. Kimia Terapan

Konsentrasi Standar	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Y Standar
0%	0	7,487	0	-0,0405
1%	1,621	6,337	0,2557	0,2152
3%	5,498	7,651	0,7185	0,6780
5%	7,647	6,459	1,1839	1,1434
7%	12,301	7,427	1,6562	1,6157
10%	19,535	8,916	2,1910	2,1505

Tabel 2 Penentuan Kurva Kalibrasi Dereet Standar Etanol p.a di Lab. Bea dan Cukai

Konsentrasi Standar	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Y Standar
0%	0	4,254	0,0000	-0,0143
1%	1,544	4,383	0,3523	0,3380
3%	4,999	4,653	1,0744	1,0601
5%	7,518	4,175	1,8009	1,7866
7%	9,911	3,520	2,8151	2,8008
10%	15,038	4,291	3,5038	3,4895



Gambar 1. Kurva kalibrasi Deret Standar Larutan Etannol p.a

Tabel 3. Perbandingan Hasil Pengukuran Kurva Kalibrasi Laboratorium Kimia Terapan dan Laboratorium Bea Cukai

	Slope	Intersep	R ²	LOD	LOQ
Lab. Kimia Terapan	22,1650	0,0405	0,9967	0,0076%	0,0255%
Lab.Bea Cukai	36,386	0,0243	0,9907	0,01233%	0,0246%

Berdasarkan Tabel 3 menunjukkan bahwa nilai R² yang diperoleh di laboratorium kimia terapan hasilnya lebih baik dibandingkan hasil dari laboratorium bea cukai, hal tersebut karena suatu grafik dikatakan linear apabila nilai koefisien relasi $r \approx 1$. Hasil penelitian Suaniti (2018). Nilai slope menunjukkan kadar dan kemirinan grafik, nilai slope semakin besar maka instrument semakin sensitive terhadap perubahan kadar. Hasil nilai slope yang diperoleh dari laboratorium bea cukai hasilnya lebih bagus dari laboratorium kimia terapan karena nilai slopenya besar. Nilai intersep menunjukkan pengukuran blanko, nilai slope yang baik ketika hasilnya kecil, karena ketika hasilnya besar maka ada interferensi atau kontaminasi (Yustinus,2018). Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa nilai

intersep laboratorium bea cukai hasilnya lebih bagus dibandingkan laboratorium kimia terapan karena nilainya lebih kecil. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa hasil pengukuran kurva kalibrasi di laboratorium bea cukai hasilnya lebih bagus,karena nilai regresi linear, slope, dan intersep yang diperoleh lebih baik dibandingkan laboratorium kimia terapan Sampel minuman beralkohol sebelum dilakukan pengujian harus dipreparasi dahulu yaitu dengan melakukan distilasi dengan suhu 80°C selama 30 menit. Fungsi dari destilasi yaitu untuk memisahkan antara alkohol dengan gula dan zat-zat lain yang terkandung didalam sampel. Jika sampel tidak distilasi, kandungan gula yang terdapat dalam sampel akan menggumpal terkena suhu tinggi saat pengukuran dengan kromatografi gas sehingga membuat kolom rusak dan tidak mengukur kadar sampel (Tagliaro, 1992).

Prinsip analisis menggunakan kromatografi gas yaitu sampel setelah distilasi ditambahkan air sebagai pelarut dan standar internal butanol. Penambahan standar internal butanol berfungsi untuk membandingkan hasil kromatogram standar dengan sampel (Cairn, 2009). Senyawa yang sering digunakan sebagai standar internal dalam penentuan kadar etanol yaitu butanol dan n-propanol (Zuba, 2002). Setelah ditambahkan pelarut dan standar internal, sampel siap diinjeksi dengan optimasi suhu detektor 250°C dan jenis detektor FID (Flame Ionization Detector). Metode kromatografi gas dengan detektor ionisasi nyala merupakan metode yang tepat dalam menentukan kadar etanol di dalam sampel karena digunakan dalam pemisahan zat organic maupun anorganik yang mempunyai sifat mudah menguap (Tagliaro, 1992).

Sampel yang telah diijeksi akan menghasilkan output berupa kromatogram dan selanjutnya dapat dihitung kadar etanol yang terdapat dalam sampel, penentuan kadar etanol pada sampel menggunakan standar internal yaitu butanol dengan volume 0,2 mL. Hasil penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas pada sampel minuman beralkohol jenis vodka ditunjukkan dalam Tabel 4 dan 5

Tabel 4 Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka dengan GC di Lab. Kimia Terapan

Sampel	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Kadar Etanol (%)
1	6,22	7,516	0,8275	0,0887
2	4,249	5,017	0,8469	0,0909
3	2,853	3,982	0,7164	0,0762
4	5,261	8,26	0,6369	0,0672
5	2,584	3,872	0,6673	0,0707
Rata-rata kadar				0,0787

Tabel 5 Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka dengan GC di Laboratorium Bea Cukai

Sampel	Luas Area Etanol	Luas Area Butanol	Rasio Luas Area (Etanol : Butanol)	Kadar Etanol (%)
1	2,8223	8,4233	0,3350	0,0881
2	2,8072	8,6614	0,3241	0,0851
3	2,8323	8,2711	0,3424	0,0901
4	2,7798	8,1907	0,3393	0,0893
Rata-rata kadar				0,0882

Nilai kadar etanol pada sampel vodka dengan kromatografi gas yang dilakukan dengan 5 kali pengulangan yaitu didapatkan hasil kadar rata – rata sebesar 0,0787% untuk lab. Kimia Terapan dan 0,0882% untuk lab. Bea Cukai . Hasil percobaan tersebut bisa dikatakan tidak baik karena nilainya jauh dari nilai kadar etanol yang tertera pada kemasan yaitu sebesar 19%. Hasil pengujian kadar etanol pada sampel tidak baik, hal tersebut dikarenakan beberapa faktor. Faktor pertama yaitu penelitian dilakukan dalam waktu 2 minggu dan sampel bersifat mudah menguap, sehingga dimungkinkan dalam kurun waktu tersebut sampel menguap sehingga saat diukur nilai kadar etanolnya tidak sesuai dengan yang tertera dikemasan. Faktor yang kedua yaitu pengukuran sampel dilakukan 5 kali pengulangan sehingga preparasi sampel juga dilakukan sebanyak 5 kali, saat proses destilasi volume destilat yang diperoleh antara pengulangan sampel yang pertama hingga kelima volumenya berbeda, sehingga dapat disimpulkan pada saat destilasi volume destilat setiap pengulangan tidak konstan sehingga berpengaruh terhadap pengukuran kadar etanol, dan faktor yang ketiga yaitu karena kesalahan rentang konsentrasi pada pembuatan larutan standar yang digunakan untuk penentuan kurva kalibrasi.

Resolusi

Resolusi adalah derajat pemisahan dua komponen campuran,dalam kromatografi. Resolusi juga dapat diartikan sebagai perbandingan antara jarak dua puncak pada tinggi maksimal dengan rata-rata lebar dasar kedua puncak, jika nilai $Rs=1$ menunjukkan bahwa pemisahan masing-masing puncak telah mencapai 94%, sedangkan untuk mencapai pemisahan base line nilai $Rs=1,5$. Nilai Rs semakin besar menunjukkan pemisahan yang makin baik dan begitu sebaliknya.

Nilai resolusi pada penelitian ini diperoleh dari hasil kromatogram penentuan kadar etanol pada sampel minuman beralkohol jenis vodka dengan kromatografi gas. Nilai Rs yang diperoleh pada penelitian ini ditunjukkan pada Tabel 6 dan 7.

Tabel 6 Nilai Resolusi Sampel Vodka dengan Kromatografi Gas Laboratorium Kimia Terapan

Sampe I	Senyawa	Waktu Retensi (menit)	Lebar Puncak	Resolusi
1	Etanol	3,94	0,05	10,94
	Butanol	4,542	0,06	
2	Etanol	3,287	0,05	21,6
	Butanol	4,583	0,07	
3	Etanol	3,288	0,05	21,67
	Butanol	4,588	0,07	
4	Etanol	3,287	0,05	23,51
	Butanol	4,58	0,17	
5	Etanol	3,287	0,05	21,63
	Butanol	4,585	0,07	
Rata-rata				20,83

Tabel 7 Nilai Resolusi Sampel Vodka dengan Kromatografi Gas Laboratorium Kimia Terapan

Sampel	Senyawa	Waktu Retensi (menit)	Lebar Puncak	Resolusi
1	Etanol	12,111	0,09	60,73
	Butanol	17,577	0,09	
2	Etanol	12,109	0,09	60,73
	Butanol	17,575	0,09	
3	Etanol	12,108	0,09	64,30
	Butanol	17,574	0,08	
4	Etanol	12,106	0,08	57,532
	Butanol	17,571	0,11	
Rata-rata				60,82

Nilai Rs pada penelitian tersebut dengan 5 kali pengulangan sampel didapatkan hasil nilai Rs rata- rata pada laboratorium kimia terapan sebesar 22,8242, sedangkan untuk laboratorium bea dan cukai sebesar 60,8247. Hasil tersebut menunjukkan bahwa pemisahan pada pengukuran kadar etanol di laboratorium kimia terapan dan laboratorium bea cukai dapat dikatakan baik, karena nilai Rs yang diperoleh lebih dari 1, jadi berdasarkan hal tersebut dapat disimpulkan bahwa pada penelitian ini tidak terdapat masalah di instrument kromatografi gas, karena instrument masih dapat melakukan pemisahan sampel dengan baik.

Limit Of Detection (LOD) dan Limit Of Quantitation (LOQ)

Limit Of Detection merupakan batas terendah analit dalam sampel yang terdeteksi, namun tidak dapat dikuantisasi secara tepat (Riyanto, 2014). Ketika kadar sampel berada di bawah nilai LOD maka dapat dikatakan kurang baik karena kecermatan dan ketepatannya masih rendah dan jika diatas LOD namun dibawah

LOQ belum dapat dinyatakan memiliki kecermatan dan ketepatan yang baik. Limit Of Detection adalah batas terendah analit dalam sampel yang dapat dideteksi dan dapat dikuantifikasi dengan akurasi dan presisi yang tepat (Riyanto,2014). Kadar sampel dapat dinyatakan baik ketika diatas LOQ. Hasil penentuan nilai LOD dan LOQ ditunjukkan pada Tabel 8 dan 9

Tabel 8 Penentuan Nilai LOD dan LOQ di Laboratorium Kimia Terapan

Konsentrasi	Y	Y'	(Y-Y')	(Y-Y')^2
0%	0	0,0405	-0,0405	0,0016
1%	0,2557	0,2621	-0,0063	4,0E-05
3%	0,7185	0,7054	0,0131	0,0001
5%	1,1839	1,1487	0,0351	0,0012
7%	1,6656	1,5920	0,0735	0,0054
10%	2,1910	2,2570	-0,0660	0,0043
			Jumlah	0,0128
			SY/X	0,0567
			LOD	0,0076 %
			LOQ	0,0255 %

Tabel 9 Penentuan Nilai LOD dan LOQ di Bea dan Cukai

Konsentrasi	Y	Y'	(Y-Y')	(Y-Y')^2
0%	0	0,0143	-0,0143	0,0002
1%	0,3523	0,3781	-0,0258	0,0006
3%	1,0744	1,1058	-0,0314	0,0009
5%	1,8009	1,8336	-0,0327	0,0010
7%	2,8151	2,5613	0,2537	0,0644
10%	3,5038	3,6529	-0,1491	0,0222
			Jumlah	0,0895
			SY/X	0,1496
			LOD	0,0123%
			LOQ	0,0246%

Berdasarkan dua tabel diatas dapat diketahui nilai LOD sebesar 0,0767% untuk lab. Kimia Terapan dan 0,0123% untuk lab. Bea dan Cukai, sedangkan untuk nilai LOQ lab. Kimia Terapan sebesar 0,0255%, sedangkan lab. Bea dan Cukai sebesar 0,0246%. Berdasarkan hasil tersebut nilai LOD dan LOQ yang diperoleh di laboratorium bea cukai hasilnya bagus dibandingkan hasil dari laboratorium kimia terapan, karena nilai LOD dan LOQ lebih kecil dari nilai kadar sampel rata-rata yang diperoleh.

Penentuan Presisi

Presisi adalah kedekatan hasil yang dilakukan secara berulang. Semakin dekat nilai pengulangan yang dilakukan maka dikatakan semakin baik. Validasi dengan parameter presisi dapat dinyatakan pada pengujian kadar etanol menggunakan kromatografi gas dinyatakan dalam repeatability. Data hasil repeatability ditunjukkan dalam Tabel 10 dan 11.

Tabel 10 Nilai Presisi Penentuan Kadar Etanol

Sampel	Y	Y'	(Y-Y')^2
1	0,8275	0,087	9,9E-05
2	0,8469	0,099	0,0001
3	0,7164	0,072	6,4E-06
4	0,6369	0,062	0,0001
5	0,6673	0,077	6,5E-05
X rata-rata	0,077	9,0E-05	
SD		0,0047	
%RSD		6,0354	
Log C		-1,1035	
2/3 Cv Horwitz		1,3334	

Tabel 11 Nilai Presisi Penentuan Kadar Etanol di Lab Bea dan Cukai

Sampel	Y	Y'	(Y - Y')^2
1	0,3350	0,0807	0,0065
2	0,3241	0,0777	0,0060
3	0,3424	0,0827	0,0068
4	0,3393	0,0819	0,0067
X rata-rata	0,0807	0,0261	
SD		0,0808	
%RSD		100,028	
Log C		-1,0926	
2/3 Cv Horwitz		1,9471	

Presentase RSD yang diperoleh yaitu sebesar 6,0354. Berdasarkan Yulia (2010) nilai presisi yang baik apabila %RSD < 2 CV HORWITZ. C merupakan 3 kadar analit yang tidak memiliki satuan, karena rata-rata pengukuran kadar etanol dengan kromatografi gas di laboratorium bea dan cukai sebesar 0,07878959 %, sedangkan nilai rata-rata kadar etanol di laboratorium kimia terapan sebesar 0,087%. Nilai log C laboratorium kimia terapan sebesar -1,1035, sedangkan nilai log C laboratorium bea cukai sebesar -1,0926. Sehingga nilai 2/3 CV HORWITZ laboratorium kimia terapan sebesar 1,334, sedangkan untuk laboratorium bea dan cukai sebesar 1,9471. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa metode penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas memiliki presisi yang rendah, karena hasil presisi yang diapatkan dari penelitian ini apabila %RSD > 23 CV HORWITZ.

Penentuan Akurasi

Akurasi yaitu nilai keberterimaan yang baik antara nilai secara teoritis atau nilai sebenarnya dengan nilai hasil uji. Nilai akurasi pada penentuan kadar etanol pada sampel vodka menggunakan kromatografi gas dinyatakan dalam %Trueness. %Trueness dilakukan dengan membandingkan hasil pengukuran kadar etanol pada sampel dengan nilai kadar etanol yang tertera pada kemasan. Penentuan nilai akurasi dilakukan melalui 5 kali pengulangan. Hasil penentuan akurasi ditunjukkan pada Tabel 12 dan 13.

Tabel 12 Nilai Akurasi Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka menggunakan Kromatografi Gas di Laboratorium Kimia Terapan

Sampel	% Kadar Etanol	Kadar etanol Rata-Rata	Kadar Sebenarnya	% Trueness
1	0,0887			
2	0,0909			
3	0,0762	0,0787	19,70%	39,9947
4	0,0672			
5	0,0707			

Tabel 13 Nilai Akurasi Penentuan Kadar Etanol pada Sampel Vodka menggunakan Kromatografi Gas di laboratorium Bea Cukai

Sampel	% Kadar Etanol	Kadar etanol Rata-Rata	Kadar Sebenarnya	% Trueness
1	0,0881			
2	0,0851			
3	0,0901	0,0882%	19,70%	39,9947
4	0,0893			

Nilai presentase trueness didapatkan dari hasil perbandingan nilai pengukuran kadar etanol pada sampel dengan nilai kadar etanol yang tertera pada kemasan. Nilai rata-rata hasil pengukuran yang diperoleh di laboratorium kimia terapan sebesar 0,0787% dan nilai hasil pengukuran di laboratorium bea cukai sebesar 0,0882%, sedangkan nilai kadar etanol yang tertera pada kemasan sampel sebesar 19,70%, sehingga nilai trueness yang didapatkan untuk laboratorium kimia terapan sebesar 39,9947% dan laboratorium bea cukai sebesar 39,9947%. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa nilai %trueness yang didapatkan kurang baik, karena nilai %trueness yang baik jika mendekati 100%.

Ketidakpastianan Baku

Ketidakpastianan baku adalah ketidakpastianan yang berasal dari sumber yang berkontribusi sebagai komponen awal pada tulang utama yang terdapat dalam diagram tulang ikan. Faktor-faktor yang berkontribusi dalam ketidakpastianan pengukuran kadar etanol adalah :

1. Ketidakpastianan Kurva Kalibrasi

Kurva kalibrasi merupakan salah satu komponen utama yang berkontribusi dalam penentuan kadar etanol. Perhitungan ketidakpastianan baku kurva kalibrasi berasal dari gabungan konsentrasi larutan standar,konsentrasi sampel,absorbansi larutan standar,absorbansi sampel,slope, dan intersep. Sehingga ketidakpastianan kurva kalibrasi yang diperoleh di laboratorium kimia terapan sebesar $8,7226 \times 10^{-6}$, sedangkan laboratorium bea cukai sebesar $8,7213 \times 10^{-6}$.

2. Presisi (P)

Ketidakpastianan baku dapat dihitung dengan cara mengelompokkan faktor-faktor ke dalam kategori komponen ketidakpastianan. Ketidakpastianan baku presisi masuk dalam kategori ketidakpastianan tipe A, karena ketidakpastianan yang diperoleh dari pengulangan sebanyak 5 kali. Perhitungan ketidakpastianan baku

presisi diperoleh dengan menghitung rata-rata hasil pengulangan kemudian dihitung standar deviasinya. Selanjutnya, standar deviasi dibagi dengan akar banyaknya pengulangan yang dilakukan yaitu $\sqrt{5}$, sehingga hasil yang diperoleh untuk ketidakpastianan baku presisi laboratorium kimia terapan sebesar 0,0075, sedangkan laboratorium bea cukai sebesar 0,0013.

3. Volume pipet ukur 1 mL

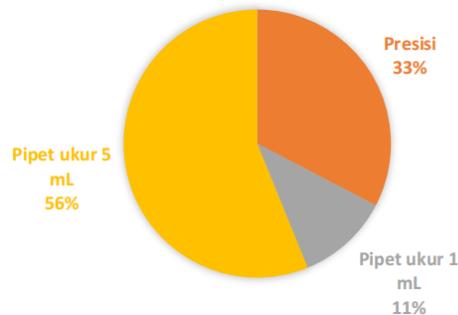
Ketidakpastianan volume pipet ukur 1 mL didapatkan dengan cara mengelompokkan faktor-faktor ke dalam kategori komponen ketidakpastianan. Ketidakpastianan baku volume pipet ukur 1ml termasuk dalam kategori ketidakpastianan tipe B karena ketidakpastianan yang diperoleh dari sertifikat alat. Ketidakpastianan baku volume pipet ukur didapatkan dari hasil ketidakpastianan alat dibagi dengan distribusi rectangular, sehingga dibagi $\sqrt{3}$ dan hasil yang diperoleh sebesar 0,0025 mL.

4. Volume pipet ukuran 5 mL

Ketidakpastianan volume pipet ukur 1 mL didapatkan dengan cara mengelompokkan faktor-faktor ke dalam kategori komponen ketidakpastianan. Ketidakpastianan baku volume pipet ukur 1 mL termasuk dalam kategori ketidakpastianan tipe B karena ketidakpastianan yang diperoleh dari sertifikat alat. Ketidakpastianan baku volume pipet ukur didapatkan dari hasil ketidakpastianan alat dibagi dengan distribusi rectangular, sehingga dibagi $\sqrt{3}$ dan hasil yang diperoleh sebesar 0,0129 mL. Ketidakpastianan baku penentuan kadar etanol pada sampel vodka menggunakan kromatografi gas ditunjukkan pada Tabel 14

Tabel 14 Ketidakpastianan Baku Penentuan Kadar Etanol

Tidak pastian	Sumber Tidak pastian	Hasil Tidak pastian Baku
μ Kurva Kalibrasi (Laboratorium KT)	Konsentrasi standar, konsentrasi sampel, absorbansi standar, dan absorbansi sampel	$8,7226 \times 10^{-6}$ mg/L
μ Kurva Kalibrasi (Laboratorium bea cukai)	Konsentrasi standar, konsentrasi sampel, absorbansi standar, dan absorbansi sampel	$8,7213 \times 10^{-6}$ mg/L
μ Presisi (Laboratorium KT)	Konsetrasi sampel, absorbansi sampel, %RSD	0,0075
μ Presisi (Laboratorium bea cukai)	Konsetrasi sampel, absorbansi sampel, %RSD	0,0013
μ Pipet ukur 1 mL	Pipet Ukur 1 mL Pipet	0,00259 mL
μ Pipet ukur 5 mL	Ukur 5 mL	0,01296 mL



Gambar 2. % Penyumbang Ketidakpastian Baku

Berdasarkan diagram diatas dapat disimpulkan bahwa penyumbang ketidakpastian baku yang paling besar yaitu dari ketidakpastian pipet ukur 5 mL sebesar 56%.

Ketidakpastiaan Gabungan

Ketidakpastiaan gabungan merupakan ketidakpastiaan yang diperoleh dari hasil ketidakpastiaan baku pada diagram tulang ikan. Faktor-faktor penyumbang ketidakpastiaan gabungan dari penentuan kadar etanol pada sampel vodka menggunakan kromatografi gas yaitu ketidakpastiaan kurva kalibrasi, ketidakpastiaan presisi, dan ketidakpastiaan volume pipet ukur. Hasil ketidakpastiaan gabungan laboratorium kimia terapan dan bea cukai hasilnya sebesar 0,0003

Ketidakpastiaan Diperluas

Ketidakpastiaan diperluas digunakan untuk mendapatkan hasil akhir apakah tingkat kepercayaan yang digunakan masuk dalam rentang yang diperlukan ketidakpastiaan. Maka, dengan tingkat kepercayaan 95% hasil dari ketidakpastiaan gabungan dikalikan dengan faktor cakupan yaitu 2, sehingga ketidakpastiaan yang diperoleh dari laboratorium kimia terapan dan bea cukai hasilnya sama yaitu sebesar 0,00061%. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa ketidakpastiaan dari pengujian kadar etanol di laboratorium kimia terapan sebesar adalah $0,0787\% \pm 0,0061\%$ sedangkan untuk laboratorium bea cukai sebesar $0,0882\% \pm 0,0061\%$. Penyumbang ketidakpastiaan penentuan kadar etanol dipengaruhi oleh 3 sumber yaitu ketidakpastiaan kurva kalibrasi, ketidakpastiaan presisi, dan ketidakpastiaan volume pipet ukur.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan nilai kadar etanol rata-rata dengan 5 kali pengulangan pada sampel vodka menggunakan metode kromatografi gas yaitu 0,0787%, sedangkan untuk nilai rata-rata pengujian kadar etanol dengan 4 kali pengulangan di laboratorium bea cukai sebesar 0,0882%.

Perbandingan hasil penentuan kadar etanol menggunakan kromatografi gas di laboratorium bea cukai dan kimia terapan hasilnya masih jauh dari kadar etanol yang tertera dalam kemasan sampel vodka.

REFERENCES

- Arsyat, N, M., 2001, Kamus Kimia (Arti Dan Penjelasan Istilah), Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama, hal 11, 93 dan 94.
- Budistastra,I N, 2009. Rancangan alat ukur Kadar Alkohol Pada Minuman Berbasis Mikrokontroler AT89S51. Universitas Udayana,Bali.
- Cairns, D. 2009. Intisari Kimia Farmasi Edisi Kedua. Penerjemah : Puspita. Jakarta : Penerbit Buku Kedokteran EGC. Terjemahan dari : Essentials of Pharmaceutical Chemistry Second Edition.
- Christyananta. 2012. Evaluasi Kinerja Ethylene Fractionator Unit Cold Section di Ethylene Plant PT Chandra Asri Petrochemical Tbk. Politeknik Negeri Bandung.Bandung
- Didinkaem. 2006. Pengawetan Produk Pangan. Diakses dari <http://www.halalguide.info-air>, pada tanggal 30 mei 2020
- Dewi. 2008. Perioeratif Pada Pasien Dalam Pengaruh Alkohol. Universitas Udayana.Bali.
- Edward,Yustinus .La Baride.2018. Analisis Ruang Evaporasi pada Destilator Dua Atap Miring Memanfaatkan Panas Gas Buang Mesin Diesel. Universitas Dayanu Ikhsanudin.
- Eiceman GA. 2000. Instrumentation of Gas Chromatography. Chichester : John Wiley & Sons Ltd
- Ermer, J. dan Miller, H.M. 2005. Method Validation in Pharmaceutical Analysis. A Guide To Best Practice. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, Weinheim.
- Gaman, P.M. dan KB Sherrington. 1994. Ilmu Pangan Pengantar Ilmu Pangan Nutrisi dan Mikrobiologi. Yogyakarta: UGM Press.
- Gandjar, I. G. dan Rohman, A., 2007, Kimia Farmasi Analisis, Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Gunasekara, D. F. 2012. Alcohol- The Body and Health Effects. New Zealand: Alcohol Advisor Council of New Zealand
- Hendayana, S. 2006. Kimia Pemisahan Metode Kromatografi dan Elektroforesis Moder. Bandung : PT Remaja Rosdakarya.
- Indonesian Customs Laboratory Journal, 2015. Minuman Mengandung Etil Alkohol (MMEA). Media Edukasi dan Informasi BPIB DJBC Volume 3 (hlm.31–37). Jakarta Pusat: Laboratorium Bea dan Cukai
- Khopkar, S.M. 2003. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta : UI Press.
- Mardoni,Yetty Tjandrawati, 2006. Perbandingan Metode Kromatografi Gas dan
- Berat Jenis Pada Penetapan Kadar Etanol Dalam Minuman Anggur. Yogyakarta: Universitas Sanata Dharma.
- Mardoni, 2007, Perbandingan Metode Kromatografi Gas dan Berat Jenis pada Kadar Etanol pada Minuman Anggur, Skripsi, Fakultas Farmasi, Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta.
- Masyithah, Z dan Haryanto, B. 2006. Perpindahan Panas. Medan: USU.
- Muna, E. D. M., C. H. B. Bizarri, J. R. M. Maciel, G. P. Rocha, & I. O. Araujo. 2013. Method Validation for Methanol Quantification Present in Working Places. Journal of Physics, 1: 1-8.

- N.P.Widya, N..M Suaniti, I G.Mustika. 2018. Validasi Metode Dalam Penentuan Kadar Etanol pada Arak menggunakan Kromatografi Gas Detektor Ionisasi Nyala.) Jurnal Universitas Dhyna Pura. Volume 2 (hlm 128- 133
- Ortega, C.. 2001,. Fast Analysis Of Important Wine VolatileCompounds Development and Validation For Determination Of A New Method Based On Gas Chromatographic – Flame Ionization Detection Analysis Of Dichloromethane Microextracts, journal of Chromatography, 923 : 205– 214.
- Peraturan Menteri Kesehatan RI No. 86/Menkes/Per/IV/77 tentang Minuman Keras, Minuman Beralkohol.
- Peraturan Menteri Perindustrian No. 71/M-IND/PER/7/2012 tentang Pengendalian dan Pengawasan Minuman Beralkohol.
- Praptiningsih, Y., 1999. Teknologi Pengolahan. Fakultas Teknologi Pertanian Universitas Jember, Jember
- Riyanto. 2014. Validasi & Verifikasi Metode Uji: Sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi. Yogyakarta: Deepublish. ISBN 978.
- Saleh, E. 2004. Teknologi Pengolahan Susu dan Hasil Ikutan Ternak. Medan : Universitas Sumatera Utara
- Simanjuntak, R. 2009. Studi Pembuatan Etanol dari Limbah Gula (Molase). Universitas Sumatera Utara.
- Sebayang, F 2006. Pembuatan etanol secara molase secara fermentasi menggunakan sel *Saccharomycescerevisiae* yang termobilisasi dalam kalsium alginat. Jurnal Teknologi Proses. 5(2): 68-74.
- Syukri.1999. Kimia Dasar Jilid 2. Bandung: UI Press
- Tagliaro F, Lubli G, Ghielmi S, 1992. Chromatographic methods for blood alcohol determination. *J Chromatogr.*, 580:161–190.
- Zuba D, Parczewski A, Reichenbacher M. 2002 Optimization Of Solid-Phase Microextraction Conditions For Gas Chromatographic Determination Of Ethanol And Other Volatile Compounds In Blood. *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci.*;773:75–8