

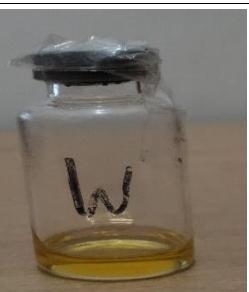
BAB VI

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penelitian yang telah dilakukan ini bertujuan untuk menganalisis adulterant pada madu yang beredar di pasaran dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Penelitian ini diawali dengan pengumpulan bahan baku madu dari 3 daerah yang berbeda, pembuatan simulasi antara madu murni dan sukrosa murni, pengukuran madu murni dan simulasi menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), analisis menggunakan kemometrik, dan validasi metode menggunakan *Principal Component Analysis* (PCA).

VI.1. Pengumpulan Bahan

Tabel VI.1 : Organoleptik Madu Murni

Daerah	Pemerian			Gambar
	Tekstur	Warna	Aroma	
Lombok	Kental sedikit lengket	Cokelat kehitaman	Khas madu sedikit menyengat	
Majalengka	Kental	Kuning keemasan	Khas madu	
Wamena	Kental sedikit encer	Khas madu sedikit kuning	Khas madu	

VI.2. Pembuatan Simulasi antara Madu Murni dan Sukrosa

Pembuatan simulasi antara madu murni dengan sukrosa dilakukan dengan 3 seri konsentrasi yang berbeda yaitu 5%; 10%; dan 15% dibuat dalam 100 gram. Pembuatan simulasi diawali dengan dibuatnya sukrosa menjadi syrupus symplex agar proses analisisnya terdeteksi dengan baik. Pembuatan syrupus symplex dibuat dengan cara 60% b/b dalam 100 gram.

VI.3. Pengukuran Madu Murni dan Simulasi Adulteran Madu menggunakan Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Sampel yang telah disiapkan dari 3 daerah dan simulasi madu yang telah dibuat kemudian diukur menggunakan alat FTIR dengan panjang gelombang 650-4000 cm^{-1} dan menggunakan aplikasi *Microlab Expert*. Pengukuran menggunakan FTIR akan menghasilkan daerah gugus fungsi dan daerah sidik jari yang terdapat pada hasil spektrumnya. Spektrum yang terdapat sidik jari dapat memberikan informasi yang akurat dan jelas untuk mendeteksi senyawa yang diinginkan.

VI.4. SPEKTRUM FTIR

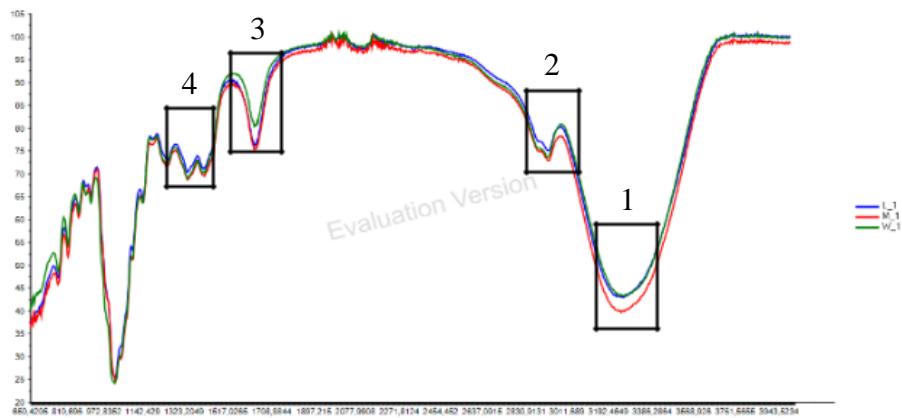
Spektrofotometer FTIR adalah alat yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi senyawa baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Analisis dilakukan dengan melihat bentuk spektrumnya yaitu dengan melihat puncak-puncak spesifik yang menunjukkan jenis gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa tersebut. Pengukuran pada spektrum inframerah dilakukan pada daerah cahaya inframerah tengah (mid-infrared) yaitu pada 24dulter gelombang 2.5 – 50 μm atau bilangan gelombang 4000 – 200 cm^{-1} . Energi yang dihasilkan oleh radiasi ini akan menyebabkan vibrasi atau getaran pada molekul. Pita gelombang inframerah sangat khas dan spesifik untuk setiap tipe ikatan kimia atau gugus fungsi. Detektor FTIR akan mendeteksi frekuensi yang dilewatkan pada sampel yang tidak diserap oleh senyawa. Banyaknya frekuensi yang melewati senyawa (yang tidak diserap) akan diukur sebagai persen transmitan dan spektrum yang

dihasilkan berupa grafik yang menunjukkan persentase transmitan yang bervariasi pada setiap frekuensi radiasi inframerah

Tabel VI.2 : Daftar bilangan gelombang

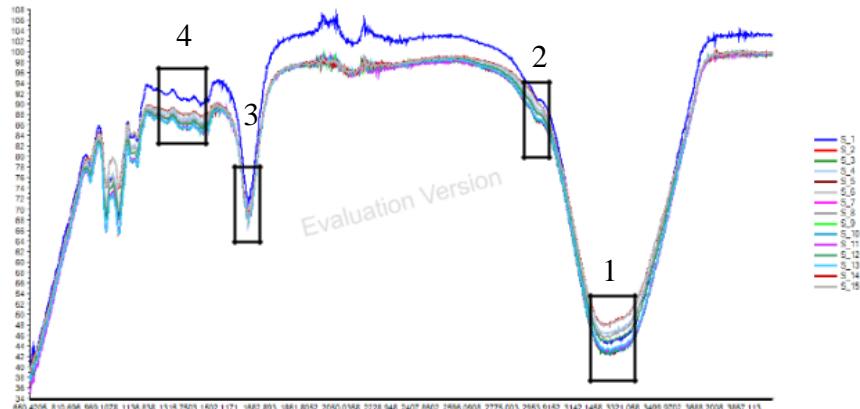
Panjang Gelombang (cm ⁻¹)	Jenis Ikatan
3750 – 300	Regang O-H, N-H
3000 – 2700	Regang CH ₃ , CH ₂ , C-H, C-H aldehid
2400 – 2100	Regang C≡C, C≡
1900 – 1650	Regang C=O (asam, aldehid, keton, amida, ester, anhidrida)
1675 – 1500	Regang C=C (25dultera dan alifatik)
1475 – 1300	C-H bending
1000 – 650	C=C-H, Ar-H bending

VI.5. ANALISIS GUGUS FUNGSI



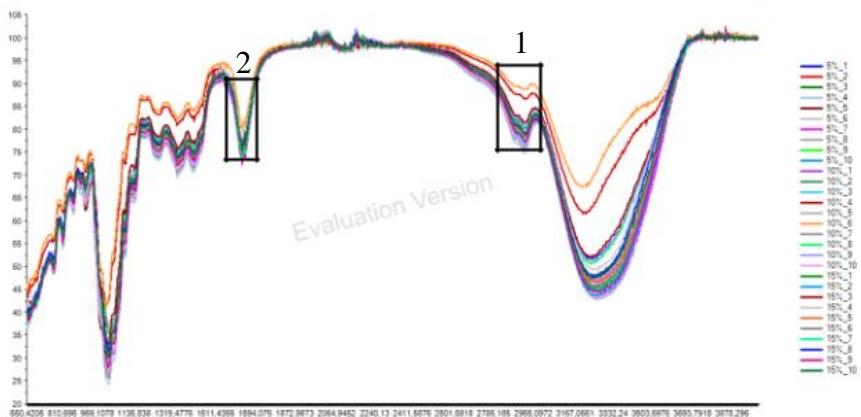
Gambar VI.1 : Spektrum FTIR Overlay madu murni

Pada gambar VI.2 Spektrum FTIR overlay madu murni terdapat gugus fungsi yang sama. 1 : gugus fungsi O-H pada panjang gelombang 3200 – 3600 cm⁻¹. 2 : gugus fungsi C-H pada panjang gelombang 2850 – 2970 cm⁻¹. 3 : gugus fungsi C=C pada panjang gelombang 1610 – 1680 cm⁻¹. 4: gugus fungsi C-H pada panjang gelombang 1340 – 1470 cm⁻¹.



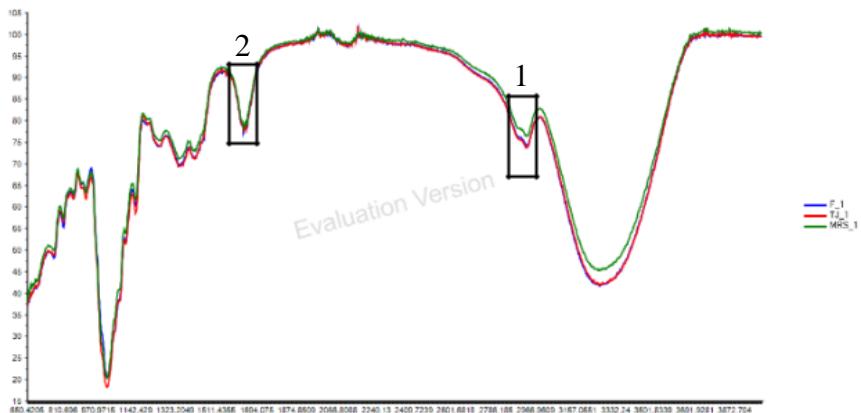
Gambar VI.2 : Spektrum FTIR Overlay sukrosa

Pada gambar VI.3 Spektrum FTIR overlay sukrosa terdapat gugus fungsi yang sama. 1 : gugus fungsi O-H pada panjang gelombang 3200 – 3600 cm⁻¹. 2 : gugus fungsi C-H pada panjang gelombang 2850 – 2970 cm⁻¹. 3 : gugus fungsi C=C pada panjang gelombang 1610 – 1680 cm⁻¹. 4 : gugus fungsi C-H pada panjang gelombang 1340 – 1470 cm⁻¹.



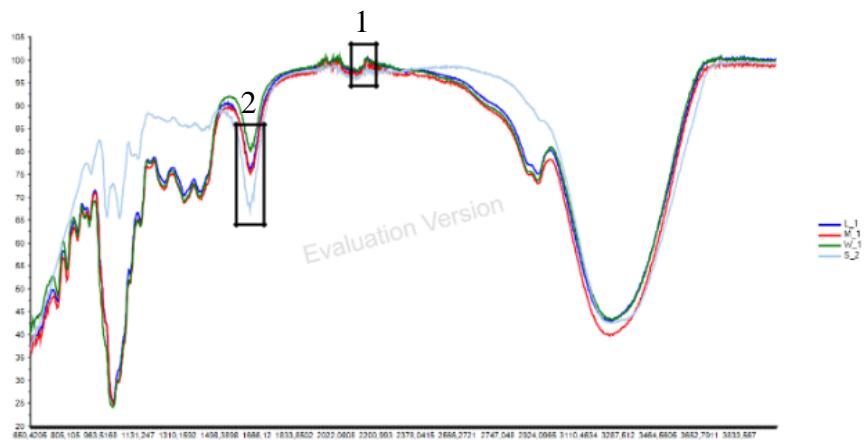
Gambar VI.3 : Spektrum FTIR overlay simulasi

Pada gambar VI.4 Spektrum FTIR simulasi terdapat gugus fungsi yang sama. 1 : gugus fungsi C-H pada panjang gelombang $2850 - 2970 \text{ cm}^{-1}$. 2 : gugus fungsi C=C pada panjang gelombang $1610 - 1680 \text{ cm}^{-1}$.



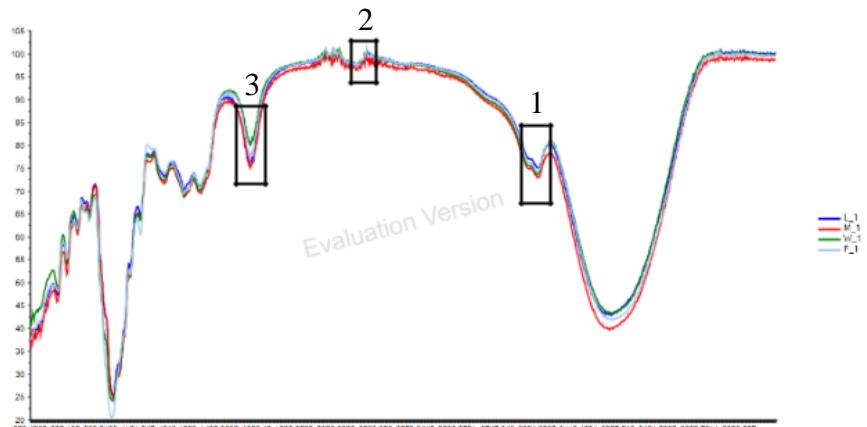
Gambar VI.4 : Spektrum FTIR overlay tiga jenis sampel

Pada gambar VI.5 Spektrum FTIR overlay tiga jenis sampel terdapat gugus fungsi yang sama. 1 : gugus fungsi O-H pada Panjang gelombang $3200 - 3600 \text{ cm}^{-1}$. 2 : gugus fungsi C-H pada panjang gelombang $2850 - 2970 \text{ cm}^{-1}$. 3 : gugus fungsi C=C pada panjang gelombang $1610 - 1680 \text{ cm}^{-1}$.



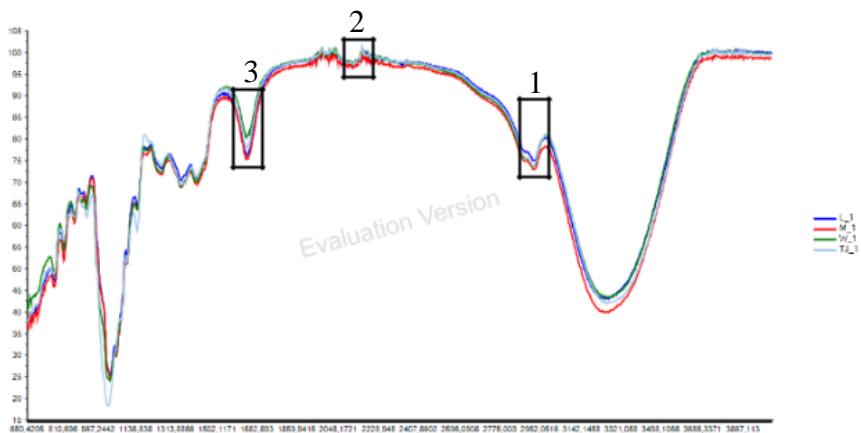
Gambar VI.5 : Spektrum FTIR overlay sukrosa dengan tiga jenis madu murni

Pada gambar VI.6 Spektrum FTIR overlay sukrosa dengan tiga jenis madu murni terdapat gugus fungsi yang sama antara sukrosa dengan madu murni yang berasal dari tiga daerah yaitu 1 : gugus fungsi $C\equiv C$ pada panjang gelombang $2100 - 2260 \text{ cm}^{-1}$. 2 : gugus fungsi $C=C$ pada panjang gelombang $1610 - 1680 \text{ cm}^{-1}$.



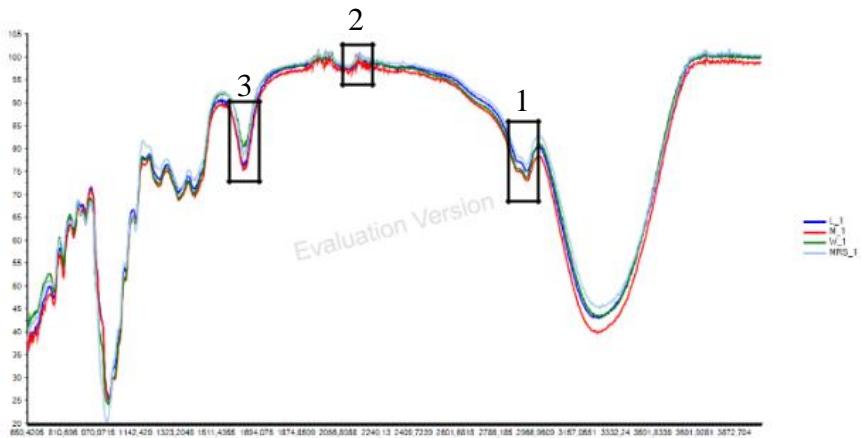
Gambar VI.6 : Spektrum FTIR overlay sampel 1 dengan madu murni

Pada gambar VI.7 Spektrum FTIR overlay sampel 1 dengan madu murni terdapat gugus fungsi yang sama antara sampel madu pertama dengan madu murni yaitu : 1 : gugus fungsi C-H pada panjang gelombang $2850 - 2970 \text{ cm}^{-1}$. 2 : gugus fungsi $C\equiv C$ pada panjang gelombang $2100 - 2260 \text{ cm}^{-1}$. 3 : gugus fungsi $C=C$ pada panjang gelombang $1610 - 1680 \text{ cm}^{-1}$.



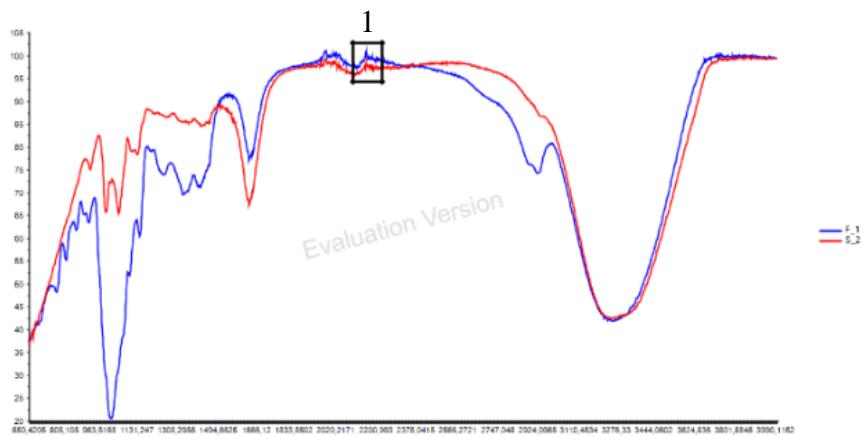
Gambar VI.7 : Spektrum FTIR overlay sampel 2 dengan madu murni

Pada gambar VI.8 Spektrum FTIR overlay sampel 2 dengan madu murni terdapat gugus fungsi yang sama antara sampel madu kedua (madu TJ) yaitu 1 : gugus fungsi C-H pada panjang gelombang 2850 – 2970 cm⁻¹. 2 : gugus fungsi C≡C pada panjang gelombang 2100 – 2260 cm⁻¹. 3 : gugus fungsi C=C pada panjang gelombang 1610 – 1680 cm⁻¹.



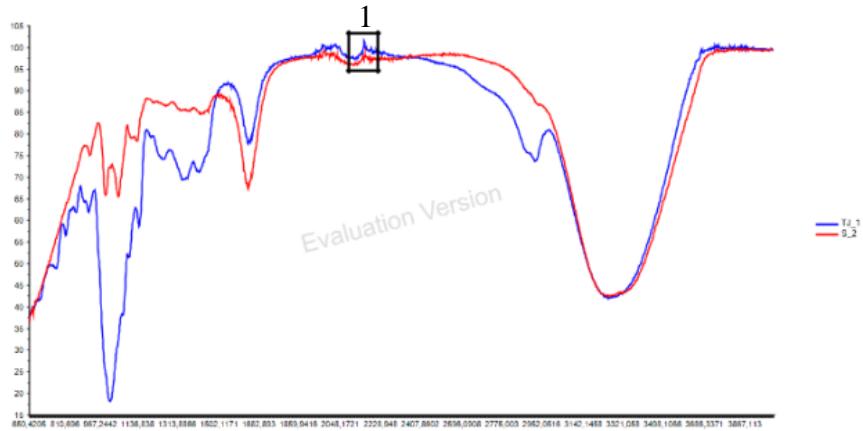
Gambar VI.8 : Spektrum FTIR overlay sampel 3 dengan madu murni

Pada gambar VI.9 Spektrum FTIR overlay sampel madu ketiga (madurasa) dengan madu murni terdapat gugus fungsi yang sama antara sampel madu 3 (madurasa) dengan madu murni yaitu 1 : C-H pada panjang gelombang 2850 – 2970 cm⁻¹. 2 : gugus fungsi C≡C pada panjang gelombang 2100 – 2260 cm⁻¹. 3 : gugus fungsi C=C pada panjang gelombang 1610 – 1680 cm⁻¹.



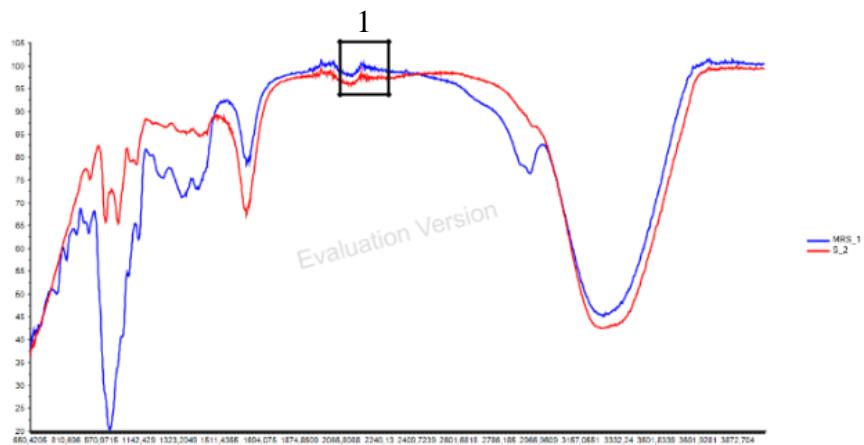
Gambar VI.9 : Spektrum FTIR overlay sampel 1 dengan sukrosa

Pada gambar VI.10 Spektrum FTIR overlay sampel pertama (madu flora) dengan sukrosa terdapat gugus fungsi yang sama antara sampel madu pertama dengan sukrosa yaitu gugus fungsi C≡C pada panjang gelombang 2100 – 2260 cm⁻¹.



Gambar VI.10 : Spektrum FTIR overlay sampel 2 dengan sukrosa

Pada gambar VI.11 Spektrum FTIR overlay sampel madu kedua dengan sukrosa terdapat gugus fungsi yang sama antara sampel madu kedua (madu TJ) dengan sukrosa yaitu gugus fungsi C≡C pada panjang gelombang 2100 – 2260 cm⁻¹.

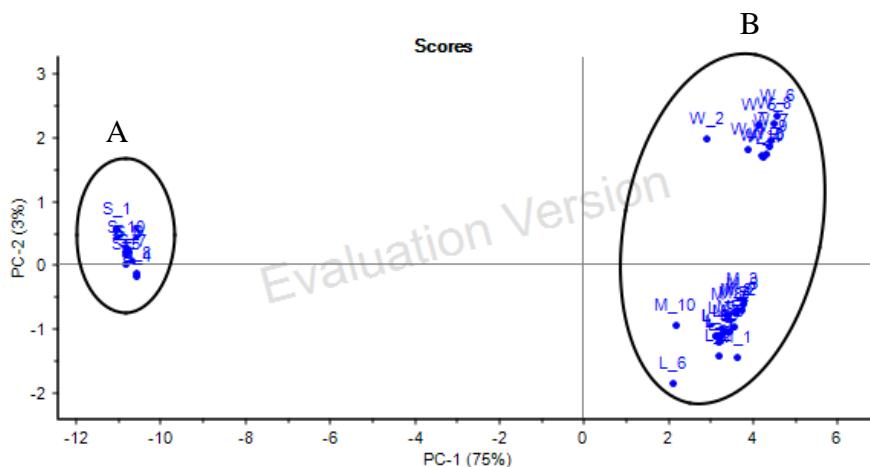


Gambar VI.11 : Spektrum FTIR overlay sampel 3 dengan sukrosa

Pada gambar VI.12 Spektrum FTIR overlay sampel ketiga (madurasa) dengan sukrosa terdapat gugus fungsi yang sama antara sampel madu ketiga (madurasa) dengan sukrosa yaitu gugus fungsi C≡C pada panjang gelombang 2100 – 2260 cm^{-1} .

VI.6. ANALISIS PCA

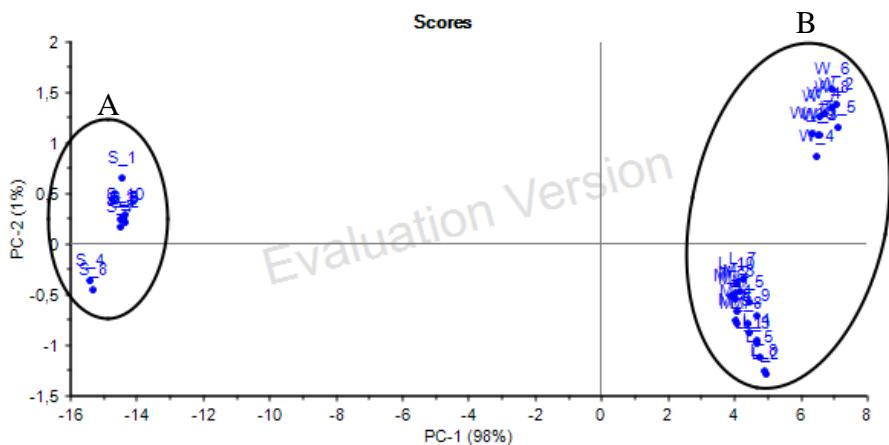
Hasil dari spektrum FTIR menghasilkan informasi yang menggambarkan ciri dari suatu sampel. Hasil dari inf ormasi tersebut harus di pastikan dengan menggunakan kemometrik untuk menunjukkan hasil yang valid. Metode kemometrik yang digunakan yaitu *Principal Component Analysis* (PCA). Metode kemometrik digunakan untuk menemukan korelasi statistika yang diketahui melalui data sampel. Kemometrik yang digunakan pada analisis ini adalah *Principal Component Analysis* (PCA). PCA adalah interpretasi data yang dilakukan dengan predksi data, dimana jumlah koefisien dalam suatu matriks dikurangi untuk menghasilkan koefisien baru dengan tetap mempertahankan informasi yang dimiliki oleh data. Variabel baru yang dihasilkan dapat berupa *score* dan *loading*. Dari beberapa data *score* dan *loading* yang telah didapatkan dengan beberapa PC dihasilkan yang digunakan hanya PC 1 terhadap PC 2 menghasilkan pengelompokan data yang bagus.



Gambar VI.12 : PCA madu murni tiga daerah dengan sukrosa.

A : sukrosa, B : madu murni tiga daerah

Pada gambar VI.13 merupakan PCA madu murni yang berasal dari tiga daerah dengan sukrosa. Madu yang berasal dari tiga daerah berbeda bertumpuk sesuai dengan daerahnya masing-masing. Madu yang berasal dari daerah Majalengka dan Lombok bertumpuk pada kuadran yang sama dapat diartikan bahwa madu dari daerah tersebut memiliki karakteristik yang sama. Sedangkan madu yang berasal dari daerah Wamena bertumpuk pada kuadran yang berbeda dapat diartikan bahwa madu yang berasal dari Wamena memiliki karakteristik yang berbeda dengan madu yang berasal dari daerah Lombok dan Majalengka.



Gambar VI.13 : Normalisasi PCA metode Smoothing Baseline SNV

A : sukrosa, B : madu murni tiga daerah

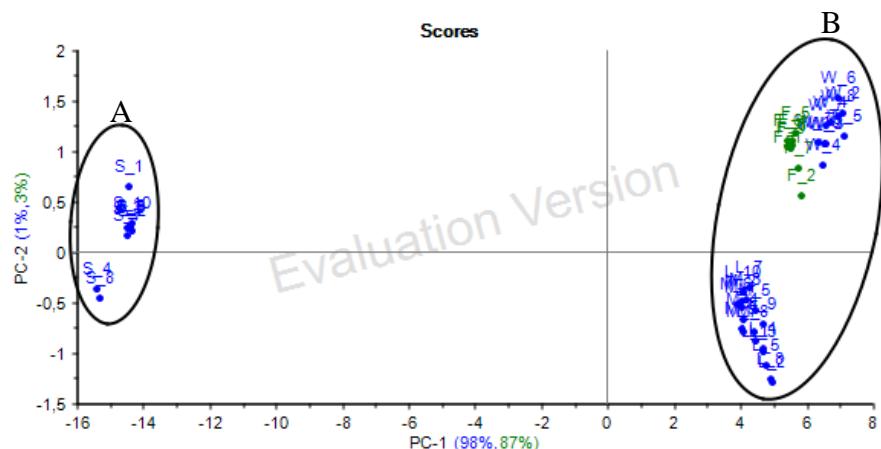
Pada gambar VI.14 Normalisasi PCA metode yang digunakan yaitu smoothing baseline dan snv karena menghasilkan pengelompokan data yang baik sesuai dengan daerahnya masing-masing dan didapatkan nilai PC 1 terhadap PC 2 sebesar 99%. Dimana semakin besar nilai PC 1 terhadap PC 2 maka semakin baik untuk mewakili data yang ada.

VI.7. VALIDASI PCA

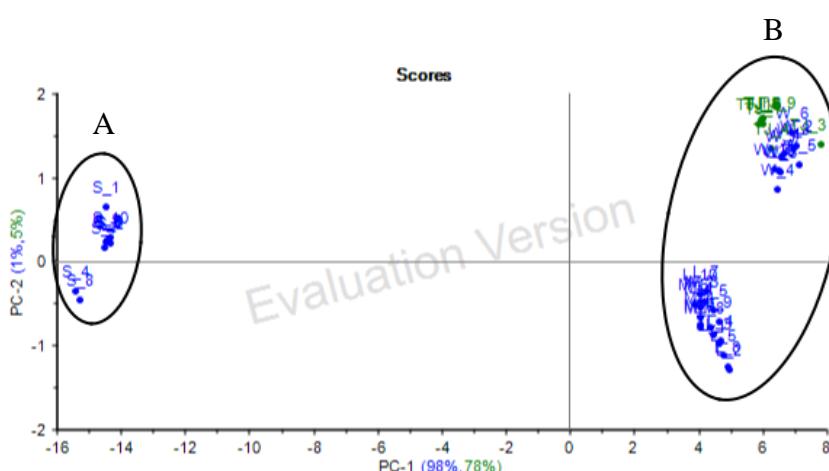
Validasi metode yang digunakan dalam analisis kemometrik ini adalah *Principal Component Analysis* (PCA). Validasi metode menggunakan PCA ini untuk melihat keterkaitan antara variable. Pada PCA ada dua komponen yaitu 35dulteran dan matriks algebra (*eigen value*, matriks dasar dari PCA), yang mana syarat eigen value = 1. Nilai eigen value yang didapatkan yaitu 79,2058.

VI.8. ANALISIS ADULTERAN SAMPEL

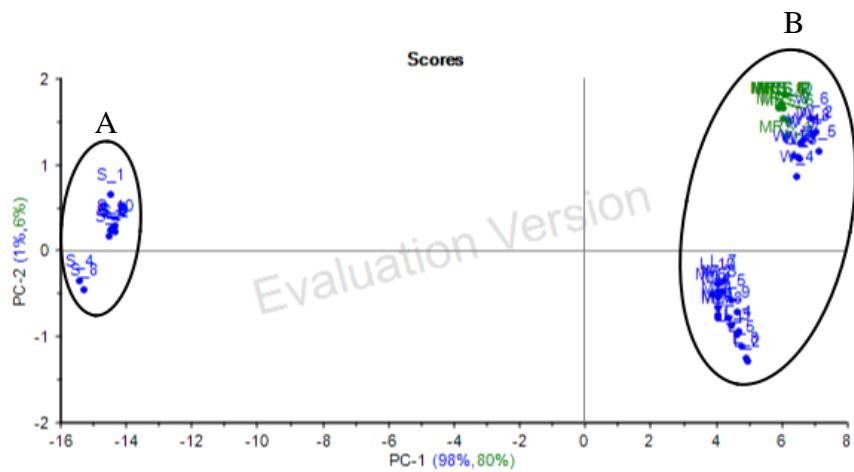
Dari beberapa data PC yang telah didapatkan, data PC yang digunakan adalah PC 1 terhadap PC 2 karena dianggap memiliki pengelompokan data yang baik.



Gambar VI.14 : Scores sampel madu pertama (madu flora)
A : sukrosa, B : madu murni tiga daerah dan sampel madu flora



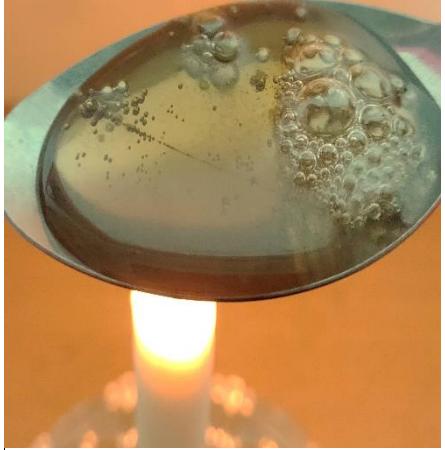
Gambar VI.15 : Scores sampel madu kedua (madu TJ)
A : sukrosa, B : madu murni tiga daerah dan sampel madu TJ



Gambar VI.16 : *Scores* sampel madu ketiga (madurasa)
A : sukrosa, B : madu murni tiga daerah dan sampel madurasa

Dari gambar VI.15, VI.16, VI.17 dapat dilihat bahwa ketiga sampel tersebut berada pada kuadran yang sama yaitu pada kuadran madu murni yang berasal dari daerah Wamena dan tidak berada pada kuadran pengelompokan data sukrosa. Dapat dikatakan bahwa sampel madu tersebut tidak mengandung penambahan sukrosa dan memiliki karakteristik yang berbeda dengan madu murni yang berasal dari daerah Lombok dan Majalengka.

Tabel VI.3 : pengujian organoleptik sampel madu menggunakan pemanasan

Sampel	Pengujian dipanaskan menggunakan lilin	Gambar
Madu Flora	Warna cokelat menjadi lebih pekat dan berbuih	
Madu TJ	Warna cokelat menjadi lebih pekat dan berbuih	
Madurasa	Warna cokelat menjadi lebih pekat dan berbuih	

Tabel VI.4 : pengujian organoleptik kadar air pada sampel madu

Sampel	Pengujian kadar air menggunakan kertas koran	Gambar
Madu Flora	Madu tidak menyerap pada kertas koran	
Madu TJ	Madu tidak menyerap pada kertas koran	
Madurasa	Madu tidak menyerap pada kertas koran	

Tabel VI.5 : pengujian organoleptik homogenitas sampel madu menggunakan air

Sampel	Pengujian mencampur madu menggunakan air	Gambar	
		Sebelum diaduk	Setelah diaduk
Madu Flora	Sebelum diaduk air tetap jernih dan setelah diaduk madu tidak mudah bercampur dengan air		
Madu TJ	Sebelum diaduk air tetap jernih dan setelah diaduk madu tidak mudah bercampur dengan air		
Madurasa	Sebelum diaduk air tetap jernih dan setelah diaduk madu tidak mudah bercampur dengan air		

Tabel VI.6 : pengujian organoleptik segienam pada madu

Sampel	Uji segienam pada madu menggunakan air	Gambar
Madu Flora	Terbentuk segienam pada madu setelah wadah digoyangkan	
Madu TJ	Terbentuk segienam pada madu setelah wadah digoyangkan	
Madurasa	Terbentuk segienam pada madu setelah wadah digoyangkan	