

## **BAB III**

### **METODE PENELITIAN**

#### 3.1 Jenis Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian deskriptif, yaitu penelitian yang menggambarkan hasil evaluasi kualitas produk.

#### 3.2 Waktu dan Tempat Penelitian

3.2.1 Waktu : Bulan Januari-Mei 2020

3.2.2 Tempat Penelitian :Laboratorium Kimia Balai Riset dan Standarisasi Industri Surabaya.

#### 3.3 Bahan dan Alat

##### 3.3.1 Bahan

Garam konsumsi, serbuk standar  $\text{AgNO}_3$ , serbuk standar  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ , aquades,  $\text{HNO}_3$  pekat,  $\text{NaCl}_{(\text{pa})}$ , larutan baku Pb 1000 mg/kg, dan larutan baku Cd 1000 mg/kg.

##### 3.3.2 Alat

Botol timbang, oven, penjepit tangan, neraca analitik, desikator, pipet ukur 10 ml, gelas piala 250 ml, labu ukur 1000 ml, pipet volume 5 ml, labu ukur 100 ml, pipet ukur 5 ml, gelas piala 500 ml, labu ukur 500 ml, pH universal, gelas piala 100 ml, gelas arloji, batang pengaduk, corong gelas, statif dan klem dan instrumen SSA (spektrofotometer Serapan Atom)

#### 3.4 Variable Penelitian

3.4.1 Variable Independen (Bebas) : sampel garam konsumsi

3.4.2 Variable Dependen (Terikat) : kualitas garam (kadar air, kadar  $\text{NaCl}$ , dan Penetapan cemaran logam kadmium (Cd) dan timbal (Pb) pada sampel)

### 3.5 Definisi Operasional Variabel

**Table 3.1 Definisi operasional**

Variable	Definisi	Metode Ukur	Hasil Pengukuran	Skala Data
Garam konsumsi	Bahan tambahan pangan dengan bahan dasar NaCl, yang akan dianalisis, yang beredar di Surabaya berjumlah 10 sampel	SNI 3556:2010	Dinyatakan dalam memenuhi syarat atau tidak	Nominal
Kadar air	Jumlah air yang terkandung dalam suatu sampel garam	Gravimetric	Dinyatakan dalam satuan %	Rasio
Kadar NaCl	Jumlah natrium klorida yang terkandung dalam sampel garam	Titration	Dinyatakan dalam satuan %	Rasio
Penetapan cemaran logam Pb	Jumlah logam Pb yang terkandung dalam sampel garam	SSA (Spektrofotometer Serapan Atom)	Dinyatakan dalam satuan mg/kg	Rasio
Penetapan cemaran logam Cd	Jumlah logam Cd yang terkandung dalam sampel garam	SSA (Spektrofotometer Serapan Atom)	Dinyatakan dalam satuan mg/kg	Rasio

### 3.6 Metode Analisis

#### 3.5.1 Uji Kadar Air (SNI 3556:2010)

Pengujian kadar air pada sampel garam konsumsi dilakukan dengan menyiapkan botol timbang beserta tutupnya, lalu dipanaskan dalam oven pada suhu  $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$  selama lebih kurang satu jam dalam keadaan botol timbang terbuka dan dinginkan dalam desikator selama 30 menit dalam keadaan botol timbang terbuka, kemudian timbang dengan neraca analitik (pinggan dan tutupnya). Penimbangan dan perlakuan seterusnya menggunakan penjepit tangan, diusahakan tangan tidak menyentuh botol timbang.

Setelah mengetahui bobot kosong botol timbang maka memasukkan 5 gram sampel ke dalam botol timbang dan tutup lalu ditimbang untuk mengetahui bobot awal. Kemudian memanaskan botol timbang yang berisi sampel tersebut dalam keadaan terbuka dengan meletakkan tutup botol di samping botol di dalam oven pada suhu  $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$  selama tiga jam, lalu menutup botol timbang ketika masih di dalam oven, dipindahkan segera ke dalam desikator dan didinginkan selama 30 menit kemudian ditimbang. Setelah itu, melakukan pemanasan kembali selama satu jam dan ulangi kembali, hingga perubahan berat antara pemanasan selama satu jam mempunyai interval  $\leq 2$  mg.

#### 3.5.2 Uji kadar NaCl (Modifikasi metode SNI 3556:2010)

##### a. Pembuatan indikator $\text{K}_2\text{CrO}_4$ 5%

Pembuatan indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5% dilakukan dengan menimbang serbuk standar  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  sebanyak 5 gram dan dilarutkan dengan 20ml aquades didalam gelas piala 100 ml, aduk hingga larutan homogen. Kemudian dipindahkan dalam labu ukur 100 ml dan ditanda bataskan dengan aquades, kocok hingga homogen.

b. Pembuatan larutan  $\text{AgNO}_3$  0,1 N.

Pembuatan larutan  $\text{AgNO}_3$  0,1 N dilakukan dengan menimbang serbuk standar  $\text{AgNO}_3$  sebanyak 17 gram dan larutkan dengan aquades sebanyak 50 ml dalam gelas piala 1000 ml, aduk hingga homogen. Kemudian dipindahkan kedalam labu ukur 1000 ml dan ditanda bataskan dengan aquades, kocok hingga homogen.

c. Standarisasi  $\text{AgNO}_3$  0,1 N.

Standarisasi larutan  $\text{AgNO}_3$  0,1 N dilakukan dengan menimbang 0,1 gram serbuk  $\text{NaCl}_{(pa)}$  dan dilarutkan dengan aquades hingga 100 ml dalam Erlenmeyer 250 ml. Erlenmeyer yang berisi  $\text{NaCl}_{(pa)}$  ditambahkan dengan indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5% sebanyak 1ml. setelah itu dilakukan titrasi dengan larutan  $\text{AgNO}_3$  0,1 N. titik akhir titrasi ditandai dengan adanya endapan merah bata dari warna kuning. Catat volume titrasi.

d. Pengujian Kadar  $\text{NaCl}$  pada Sampel

Pengujian kadar  $\text{NaCl}$  pada sampel garam konsumsi dilakukan dengan menimbang sampel sebanyak 0,1 gram, memasukkan sampel kedalam Erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan dengan aquades hingga 100 ml, kocok hingga sampel larut sempurna. Menambahkan indikator  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  5% sebanyak 1ml pada Erlenmeyer, kemudian melakukan titrasi dengan  $\text{AgNO}_3$  0,1 N. Titik akhir titrasi akan terbentuk endapan merah bata dari warna kuning. Catat volume titrasi, kemudian dilakukan pengolahan data untuk mengetahui kadar  $\text{NaCl}$ .

### 3.5.3 Penetapan cemaran logam timbal (Pb) (SNI 3556:2010)

a. Pembuatan Larutan  $\text{HNO}_3$  0,1 M

Pembuatan larutan  $\text{HNO}_3$  0,1 M dilakukan dengan memipet  $\text{HNO}_3$  pekat sebanyak 6,94 ml ke dalam labu ukur 1000 ml dan ditandabataskan dengan aquades, kocok hingga homogen.

b. Pembuatan Larutan baku Pb 10 mg/L.

Pembuatan larutan baku Pb 10 mg/mL dilakukan dengan memipet larutan baku Pb 1000 mg/mL sebanyak 2,5 mL ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1 M. Kocok hingga homogen.

c. Pembuatan Larutan standar Pb;

Pembuatan larutan kerja Pb dilakukan dengan memipet larutan baku 10 mg/mL ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing sebanyak 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 5 mL dan 10 mL, lalu diencerkan hingga tanda batas dengan HNO<sub>3</sub> 0,1M. Kocok hingga homogen. Maka diperoleh larutan standar Pb dengan konsentrasi 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,5 mg/L dan 1 mg/L

d. Pengujian sampel pada spektrofotometri SSA

Pengujian cemaran logam Pb dilakukan dengan menimbang 10 gram sampel ke dalam gelas piala 500 mL, lalu dilarutkan dengan 100 mL aquadest, dan diasamkan dengan HNO<sub>3</sub> pekat sampai pH <2. Kemudian memasukan ke dalam labu ukur 500 mL, diencerkan hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Setelah itu, menyiapkan larutan blanko (tanpa sampel) dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,1M. Kemudian dilakukan pembaca absorbans larutan standar dan larutan sampel terhadap blanko menggunakan instrumen SSA (spektrofotometer Serapan Atom) pada panjang gelombang maksimum 283,3 nm untuk Pb. Setelah mendapatkan hasil, maka membuat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (mg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y. Plot hasil pembacaan larutan sampel terhadap kurva kalibrasi (C) dan menghitung kandungan logam dalam sampel.

#### 3.5.4 Penetapan cemaran logam kadmium (Cd) (SNI 3556:2010)

##### a. Pembuatan Larutan HNO<sub>3</sub> 0,1M

Pembuatan larutan HNO<sub>3</sub> 0,1M dilakukan dengan memipet HNO<sub>3</sub> pekat sebanyak 6,94 ml ke dalam labu ukur 1000 ml dan ditandabatkan dengan aquades, kocok hingga homogen.

##### b. Pembuatan Larutan baku Cd 10 mg/L.

Pembuatan larutan baku Cd 10 mg/mL dilakukan dengan memipet larutan baku Cd 1000 mg/mL sebanyak 2,5 mL ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan HNO<sub>3</sub> 0,1M. Kocok hingga homogen.

##### c. Pembuatan Larutan standar Cd;

Pembuatan larutan kerja Cd dilakukan dengan memipet larutan baku 10 mg/mL ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing sebanyak 0,1 mL; 0,2 mL; 0,5 mL dan 1 mL, lalu diencerkan hingga tanda batas dengan HNO<sub>3</sub> 0,1M. Kocok hingga homogen. Maka diperoleh larutan standar Cd dengan konsentrasi 0,01 mg/L; 0,02 mg/L; 0,05 mg/L; dan 0,1 mg/L.

##### d. Pengujian sampel pada spektrofotometri SSA

Pengujian cemaran logam Cd dilakukan dengan menimbang 10 gram sampel ke dalam gelas piala 400 mL, lalu dilarutkan dengan 100 mL aquadest, dan diasamkan dengan HNO<sub>3</sub> pekat sampai pH <2. Kemudian memasukan ke dalam labu ukur 500 mL, diencerkan hingga tanda batas dan dikocok hingga homogen. Setelah itu, menyiapkan larutan blanko (tanpa sampel) dengan larutan HNO<sub>3</sub> 0,1M. Kemudian dilakukan pembaca absorbans larutan standar dan larutan sampel terhadap blanko menggunakan instrumen SSA (spektrofotometer Serapan Atom) pada panjang gelombang maksimum 228,8 nm untuk Cd. Setelah mendapatkan hasil, maka membuat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (mg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y. Plot hasil pembacaan larutan sampel terhadap

kurva kalibrasi (C) dan menghitung kandungan logam dalam sampel.

### 3.7 Pengolahan, Penyajian dan Analisis Data

#### 3.7.1 Uji kadar air

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 5 % dari nilai rata-rata hasil kadar air. Kadar air pada garam konsumsi maksimal sebanyak 7%.

$$\text{kadar air} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

Keterangan :

$W_0$  : bobot botol timbang kosong dan tutupnya, dinyatakan dalam gram (g);

$W_1$  : bobot botol timbang, tutupnya dan contoh sebelum dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g);

$W_2$  : bobot botol timbang, tutupnya dan contoh setelah dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g).

#### 3.7.2 Uji kadar NaCl

Hasil kadar NaCl dinyatakan dalam persen yang diperoleh dari hasil titrasi dengan pengolahan rumus dibawah ini. Kadar NaCl pada garam konsumsi maksimal sebanyak 94%.

$$\text{kadar NaCl} = \frac{V \times N \times Mr \text{ NaCl}}{W} \times 100\%$$

Keterangan ;

V : volume  $\text{AgNO}_3$  yang diperlukan pada penitaran, dinyatakan dalam mililiter (mL);

N : normalitas  $\text{AgNO}_3$ , dinyatakan dalam normalitas (N);

W : bobot contoh uji, dinyatakan dalam miligram (mg).

#### 3.7.3 Penetapan cemaran logam timbal (Pb)

Hasil dinyatakan dalam mg/kg dari hasil yang diperoleh dari Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang

gelombang maksimal 283,3 nm. Cemaran logam Pb pada garam konsumsi maksimal sebanyak 10,0 mg/kg.

$$\text{Penetapan Pb} = \frac{C}{W} \times V$$

Keterangan:

C : konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam ( $\mu\text{g/mL}$ );

V : volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);

W : bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).

#### 3.7.4 Penetapan cemaran logam kadmium (Cd)

Hasil dinyatakan dalam mg/kg dari hasil yang diperoleh dari Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimal 228,8 nm. Cemaran logam Cd pada garam konsumsi maksimal sebanyak 0,5 mg/kg.

$$\text{Penetapan Cd} = \frac{C}{W} \times V$$

Keterangan:

C : konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam ( $\mu\text{g/mL}$ );

V : volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);

W : bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g).